Lambda 15/17

UV/VIS-Spektrometer

Gerätehandbuch

B 2124 – A 3 – M 1124 / 3.88 Printed in Federal Republic of Germany B015-8263

PERKIN ELMER

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit unserer schriftlichen Genehmigung zulässig.

This publication, or parts thereof, may not be reproduced in any form without prior written permission of the publishers.

Technische Änderungen vorbehalten. The right to technical alterations reserved.

A C H T U N G

LESEN SIE BITTE VOR DER INBETRIEBNAHME DES GERÄTS
SORGFÄLTIG DIE BETRIEBSANLEITUNG!
BEACHTEN SIE INSBESONDERE ALLE HINWEISE ÜBER GEFAHREN
BEI DER BENUTZUNG DES GERÄTS.

Die Hinweise sind als Ergänzung zu den jeweils geltenden Sicherheitsbestimmungen gedacht und setzen diese nicht außer Kraft!

STROMVERSORGUNG

Das Spektrometer wird mit einem Schutzkontakt(Schuko)stecker nach deutscher Norm (50-Hz-Geräte) oder einem 3poligen US-Standardstecker (60-Hz-Geräte) geliefert.
Bei Verwendung anderer Netzstecker muß der korrekte Anschluß des Steckers sichergestellt werden:

Braune Leitung (Phase) an stromführende Klemme (P)

Blaue Leitung (Nulleiter) an Sternpunktklemme (MP)

Grün-gelbe Leitung (Schutzleiter) an Erdklemme.

Das Leitungsnetz zur Versorgung des Systems mit elektrischem Strom sollte entsprechend den einschlägigen Vorschriften installiert und abgesichert sein.

Vor dem Öffnen des Geräts in jedem Fall den Netzstecker ziehen!
Ausschalten des Netzschalters genügt nicht, da an einigen Stellen des Geräts auch im ausgeschalteten Zustand Netzspannung anliegt!

Eventuell erforderliche Wartungs- oder Reparaturarbeiten sollten nur vom Perkin-Elmer Kundendienst oder von entsprechend ausgebildeten Fachkräften ausgeführt werden.

ACHTUNG: Das Gerät darf nicht in explosionsfähigen Atmosphären betrieben werden.

ALLGEMEINE SICHERHEITSHINWEISE

Heiße Lampen und ihre nähere Umgebung nicht mit ungeschützten Händen anfassen.
VERBRENNUNGSGEFAHR!
Lampen nach Möglichkeit vor dem Berühren abkühlen lassen.

Niemals mit ungeschützten Augen direkt in die Strahlung einer Lampe schauen, um AUGENSCHÄDEN zu vermeiden.
Bei Arbeiten am offenen Gerät und bei eingeschalteten Lampen Schutzbrille mit UV-absorbierenden Gläsern tragen!

W I C H T I G

ENTFERNEN DES PROBENRAUMDECKELS

Zum Einbau bestimmter Zubehöre muß der Standard-Probenraumdeckel enfernt werden. Der Deckel sollte nur ausgebaut werden wie folgt:

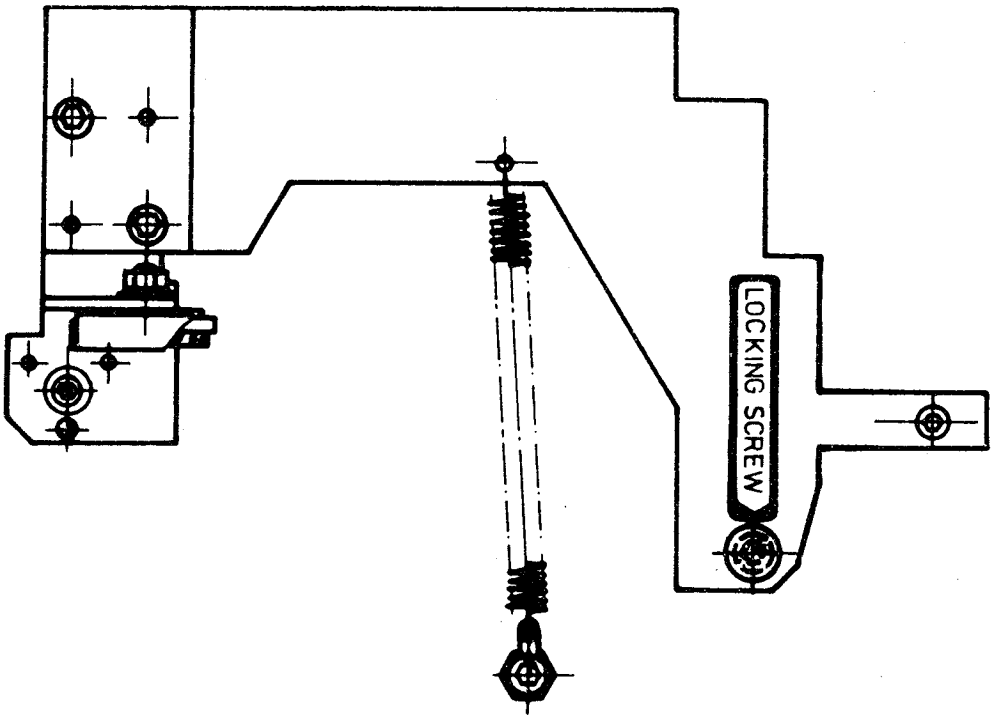
- Deckel um etwa 30 Grad öffnen, damit genügend Abstand zwischen der Hinterkante des Deckels und dem Gehäuse des Spektrometers erhalten wird.

- Deckel an einer Seite dicht am Scharnier senkrecht hochziehen und dadurch den Deckel aus dem Scharnier ziehen.

- Deckel auf die gleiche Weise aus dem zweiten Scharnier herausziehen.

DOPPELMONOCHROMATOR (LAMBDA 17)

ACHTUNG: Vor der Inbetriebnahme des Spektrometers muß der Probenraum geöffnet und die Sicherungsschraube für den Vormonochromator (s. Skizze) entfernt werden.
Wenn das Gerät transportiert werden soll, muß diese Schraube zuvor wieder angebracht werden, um den Hebel zu schützen.



I N H A L T S V E R Z E I C H N I S

Abschnitt		Seite
1.	**BESCHREIBUNG**	1-1
1.1.	Einführung	1-1
1.1.1.	Allgemeines	1-1
1.1.2.	Graphik-Software	1-1
1.1.3.	Wahlweises Zubehör	1-2
1.2.	Technische Daten	1-3
1.2.1.	Allgemeine Spektrometerdaten	1-3
1.2.2.	Methodenparameter	1-5
1.3.	Optisches System	1-9
1.3.1.	Lambda 15	1-9
1.3.2.	Lambda 17	1-13
1.4.	Einschaltroutine und Abszissenkalibrierung	1-17
1.5.	Basislinienkorrektur	1-17
1.6.	Graphik-Software	1-18
1.7.	Probenraum	1-22
2.	**INSTALLATION**	2-1
2.1.	Standortwahl	2-1
2.2.	Lieferumfang	2-1
2.3.	Auspacken und Aufstellung	2-2
2.4.	Empfohlene Geräteanordnung	2-3
2.5.	Elektrischer Anschluß	2-4
2.6.	Installation und Vorbereitung des Druckers	2-8
2.6.1.	Allgemeines	2-8
2.6.2.	Einstellen des Druckerpapier-Seitenanfangs	2-9
2.6.3.	Einstellen der DIP-Schalter im Drucker	2-10
2.7.	Installation des Standardküvettenhalters	2-15
2.7.1.	Allgemeines	2-15
2.7.2.	Einbau des Küvettenhalters	2-15
2.7.3.	Standardrechteckküvetten	2-16
3.	**BETRIEBSELEMENTE UND BILDSCHIRMSEITEN**	3-1
3.1.	Allgemeines	3-1
3.2.	Funktionstasten	3-2
3.3.	Bildschirmanzeigen	3-5
3.3.1.	Status-Anzeigen	3-6
3.3.2.	Bildschirmseiten-Anzeigebereich	3-6
3.3.3.	Soft-Key-Funktionen-Anzeigebereich	3-6

I N H A L T S V E R Z E I C H N I S (Forts.)

Abschnitt		Seite
3.4.	Methodenseite	3-7
	3.4.1. Meßmethoden	3-7
	3.4.2. Möglichkeiten der Probenzuführung	3-8
	3.4.3. Soft Keys der Methodenseite	3-9
3.5.	Parameterseite und Soft Keys	3-11
	3.5.1. Messungen bei konstanter Wellenlänge (TIME DRIVE)	3-12
	3.5.1.1. Betrieb mit Wellenlängenprogramm (WAV PROG)	3-18
	3.5.1.2. Enzymkinetische Messungen (ENZYME)	3-20
	3.5.1.3. Substratkinetische Messungen (SUBSTRATE)	3-22
	3.5.2. Spektrenaufnahme (SCAN)	3-24
	3.5.2.1. Meßmethode SCAN für Ableitungsspektren (DERIV)	3-32
	3.5.2.2. Meßmethode SCAN bei Einstrahlbetrieb (SINGLE BEAM)	3-34
3.6.	Ergebnisseite	3-36
	3.6.1. Resultatanzeige bei Meßmethode TIME DRIVE	3-36
	3.6.2. Resultatanzeige bei Meßmethode ENZYME	3-38
	3.6.3. Resultatanzeige bei Meßmethode SUBSTRATE	3-39
3.7.	Graphikseite	3-40
	3.7.1. Wenn Meßmethode SCAN vorgewählt ist	3-40
	3.7.1. Wenn Meßmethode TIME DRIVE, WAV PROG, ENZYME oder SUBSTRATE vorgewählt ist	3-46
4.	**INBETRIEBNAHME**	4-1
4.1.	Allgemeines	4-1
4.2.	Inbetriebnahme	4-1
4.3.	Strahlungsquellen	4-2
5.	**ROUTINEBETRIEB**	5-1
5.1.	Parametereingabe	5-1
5.2.	Meßmethode TIME DRIVE	5-3
	5.2.1. % Transmission oder Extinktion	5-3
	5.2.2. Konzentration	5-3
	5.2.2.1. Ein-Standard-Kalibrierung	5-3
	5.2.2.2. Zwei-Standard-Kalibrierung	5-4
	5.2.2.3. Konzentrationsmessung mit Faktoreingabe	5-4
5.3.	Basislinienkorrektur	5-5
5.4.	Meßmethode SCAN	5-5
5.5.	Meßmethode WAVelength PROGrammer	5-6
5.6.	Meßmethode ENZYME	5-7
5.7.	Meßmethode SUBSTRATE	5-8

I N H A L T S V E R Z E I C H N I S (Forts.)

Abschnitt		Seite
6.	**INSTANDHALTUNG UND LEISTUNGSPRÜFUNG**	6-1
6.1.	Sicherheitshinweise	6-1
6.2.	Tägliche Pflege	6-1
6.3.	Reinigung des Probenraums	6-2
6.4.	Wechsel der Sicherungen	6-3
6.5.	Austausch der Lichtquellen	6-3
	6.5.1. Allgemeines	6-3
	6.5.2. Halogenlampe	6-5
	6.5.3. Deuteriumlampe	6-6
6.6.	Lampenjustage	6-8
6.7.	Wellenlängenprüfung und -justierung	6-9
	6.7.1. Allgemeines	6-9
	6.7.2. Wellenlängenjustierung mit Deuteriumlampe	6-10
	6.7.3. Wellenlängenjustierung mit Holmiumoxidfilter	6-12
6.8.	Fehlerbeseitigung	6-13
	6.8.1. Fehlersuchanleitung	6-14
	8.8.2. Fehlermeldungen beim Anwenden der Bildschirmgraphik	6-15
7.	**HINWEISE ZUR HANDHABUNG**	7-1
7.1.	Auswahl der Spaltbreite	7-1
7.2.	Auswahl der Registriergeschwindigkeit	7-2
7.3.	Auswahl der Zeitkonstanten	7-3
7.4.	Auswahl des Ordinatenbereichs	7-4
	7.4.1. Allgemeines	7-4
	7.4.2. Umkehrung von Spektren	7-6
	7.4.3. Zyklische Registrierung mit AUTO RANGE	7-7
7.5.	Registrierung von Derivativ-Spektren	7-9
7.6.	Konzentrationskalibrierung	7-13
	7.6.1. Allgemeines	7-13
	7.6.2. Ein-Standard-Kalibrierung	7-13
	7.6.3. Zwei-Standard-Kalibrierung	7-14
7.7.	Benutzung und Pflege von Küvetten und Probenraumfenstern	7-15
7.8.	Ungewöhnliche Proben	7-16
7.9.	Beziehung Probe/Lösemittel	7-18
7.10.	Justierung von Mikroküvetten (Normalvolumen)	7-20
7.11.	Blendeneinstellung	7-22

I N H A L T S V E R Z E I C H N I S (Forts.)

Abschnitt		Seite
8.	**EINBAU VON ZUBEHÖRSYSTEMEN**	8-1
8.1.	Installation der Integrationskugel	8-1
9.	**ERSATZTEILE UND ZUBEHÖR**	9-1
9.1.	Verbrauchsmaterial	9-1
9.2.	Ersatzteile	9-2a
9.3.	Wahlweises Zubehör	9-2b
9.4.	Küvettenhalter	9-3
9.5.	Festprobenhalter	9-4
9.6.	Integrationskugeln	9-4
9.7.	Temperaturregeleinheiten	9-5
9.8.	Zubehör für die Probenhandhabung	9-7
9.8.1.	Automatische Probenzuführsysteme	9-7
9.8.2.	Trichterküvettenzusätze	9-8
9.8.3.	Küvettenwechselsysteme	9-9
9.9	Küvetten	9-11
9.9.1.	Rechteckküvetten	9-11
9.9.2.	Mikroküvetten	9-13
9.9.3.	Zylinderküvetten	9-14
9.9.4.	Thermostatisierbare Zylinderküvetten	9-14
9.9.5.	Gasküvetten	9-15
9.9.6.	Mikrodurchflußküvetten	9-15
9.9.7.	Küvetten für Hochdruck-Flüssigchromatographie	9-16

ANHANG A : Anschluß eines Analogschreibers R100A, R100 oder 561 an das Spektrometer Lambda 15/17

1.	BESCHREIBUNG	A-1
2.	ANSCHLUSS	A-2
2.1.	Schreiber R100A, R100	A-2
2.2.	Schreiber 561	A-4
3.	BETRIEB	A-6
3.1.	Allgemeines	A-6
3.2.	Overlay-Registrierung	A-6
3.3.	Serielle Registrierung	A-7
3.3.1.	Mit Schreiber R100A/R100	A-7
3.3.2.	Mit Schreiber 561	A-8

ANHANG B : Anmerkung zum Betrieb des Spektrometers mit einem Multisampler

B I L D E R V E R Z E I C H N I S

Bild		Seite
1-1.	Optisches System (Lambda 15)	1-10
1-2.	Strahlenführung, schematisch (Lambda 15)	1-12
1-3.	Optisches System (Lambda 17)	1-14
1-4.	Strahlenführung, schematisch (Lambda 17)	1-16
1-5.	Probenraum, geöffnet	1-22
2-1.	Einheiten des Spektrometers	2-3
2-2.	Rückansicht des Spektrometers mit Anschlüssen	2-4
2-3.	Elektrische Verbindungen zwischen den Spektrometer-einheiten und dem Drucker, schematisch	2-6
2-4.	Entfernen der DIP-Schalterabdeckung des Druckers (nur FX-85)	2-10
2-5.	DIP-Schalter im Drucker FX-85	2-11
2-6.	Standardküvettenhalter	2-15
3-1.	Bedienungsfeld für Gerätefunktionen	3-2
3-2.	Bildschirmanzeigen	3-5
3-3.	Status-Anzeigen	3-6
3-4.	Parameterseite und Soft-Key-Funktionen bei Messungen bei konstanter Wellenlänge (TIME DRIVE)	3-12
3-5.	Parameterseite und Soft-Key-Funktionen für Wellenlängenprogramm (WAV PROG)	3-18
3-6.	Parameterseite und Soft-Key-Funktionen für enzymkinetische Messungen (ENZYME)	3-20
3-7.	Parameterseite und Soft-Key-Funktionen für substratkinetische Messungen (SUBSTRATE)	3-22
3-8.	Parameterseite und Soft-Key-Funktionen für Spektrenaufnahme (SCAN; %T oder Extinktion)	3-24
3-9.	Parameterseite und Soft-Key-Funktionen für Ableitungsspektren (SCAN; DERIV)	3-32
3-10.	Parameterseite und Soft-Key-Funktionen für Einstrahlbetrieb (SCAN; SINGLE BEAM)	3-34
3-11.	Ergebnisseite TIME DRIVE	3-36
3-12.	Ergebnisseite ENZYME	3-38
3-13.	Ergebnisseite SUBSTRATE	3-39
3-14.	Graphikseite bei Spektrenaufnahme (SCAN)	3-40
3-15.	Graphikseite bei Messungen mit konstanter Wellenlänge (TIME DRIVE)	3-46
5-1.	Beispiel für den Ausdruck der Parameterseite (PRINT METHOD oder AUTO METHOD)	5-2
6-1.	Anordnung der Strahlungsquellen	6-4
6-2.	Vorjustierte Halogenlampe	6-5
6-3.	Vorjustierte Deuteriumlampe	6-7
6-4.	Deuterium-Emissionslinie, registriert in Betriebsart SINGLE BEAM	6-11

B I L D E R V E R Z E I C H N I S (Forts.)

Bild		Seite
7-1.	Absorptionsspektrum von Holmiumoxid	7-4
7-2.	Gedehntes Spektrum	7-5
7-3.	Umgekehrtes Absorptionsspektrum	7-6
7-4.	Absorptionsspektrum, registriert mit und ohne AUTO RANGE	7-7
7-5.	Absorptionsspektrum, registriert mit AUTO RANGE und erweitertem Ordinatenbereich	7-8
7-6.	Idealisierte Kurvenformen	7-9
7-7a.	Absorptionspeak und 1. Ableitung	7-11
7-7b.	Zweite, dritte und vierte Ableitung	7-12
7-8.	Ein-Standard-Kalibrierung	7-13
7-9.	Zwei-Standard-Kalibrierung	7-14
7-10.	Richtige Ausrichtung des Probenvolumens im Lichtstrahl	7-21
7-11.	Bedienungselement für die Mikroblende (COMMON BEAM MASK)	7-23
8-1.	Leiterplattengestell in der vertikalen Position	8-2
A-1.	Anschlußschema Schreiber R100A/R100	A-3
A-2.	Anschlußschema Schreiber 561	A-5

T A B E L L E N V E R Z E I C H N I S

Tabelle		Seite
2-1.	Distanzstücke für Kurzwegküvetten	2-16
3-1.	Einige Soft-Key-Kombinationen bei eingebautem Zubehör	3-10
7-1.	Auswahl der Spaltbreite	7-1
7-2.	Auswahl der Registriergeschwindigkeiten	7-2
7-3.	Auswahl der Zeitkonstanten	7-3
7-4.	Nutzbare Wellenlängenbereiche von Lösemitteln	7-19
7-5.	Volumenbedarf	7-22

1. BESCHREIBUNG

1.1. EINFÜHRUNG

1.1.1. ALLGEMEINES

Das Lambda 15 und das Lambda 17 sind Hochleistungs-Zweistrahl-UV/VIS-Spektrometer, die aufgrund ihrer Konzeption vielseitig einsetzbar und leicht und bequem zu bedienen sind.

Die beiden Spektrometertypen haben identische Funktionen und werden auf dieselbe Weise betrieben. Ihr Unterschied liegt in der Optik und der sich daraus ergebenden photometrischen Leistungsfähigkeit.
Das Lambda 15 enthält einen normalen Monochromator in Littrow-Anordnung, während beim Lambda 17 die Strahlung an einem zusätzlichen Vormonochromator vorzerlegt wird, bevor sie in den Hauptmonochromator (baugleich mit dem Monochromator des Lambda 15) geleitet und dort noch weiter aufgespalten wird. Durch diese optische Anordnung ergibt sich beim Lambda 17 ein um ca. zwei Größenordnungen geringerer Falschlichtanteil als beim Lambda 15, wodurch sich eine bessere Linearität bei höheren Extinktionen und damit ein größerer Meßbereich ergibt.

Die durch die Vielfalt der analytischen Möglichkeiten erforderlichen Funktionstasten sind durch die Verwendung programmabhängiger Tasten ("Soft Keys") auf ein Minimum reduziert.
Mit der gewählten Meßmethode ändern sich die Funktionen der Soft Keys und beschränken sich auf die für diese Methode erforderlichen Funktionen.
Die Bildschirmanzeige gibt einen Leitfaden durch die Parametereingaben und zeigt jederzeit die wichtigsten Status-Informationen wie Wellenlänge, Ordinatenwert, Meßmethode und Betriebsstatus an, so daß eine Kontrolle der Messung ständig gegeben ist.
Durch die bildschirmseitenorientierte Soft-Key-Eingabe ist eine logische und einfache Eingabe der Geräteparameter gewährleistet.

Die Bildschirmseiten geben Auskunft über die wählbare und gewählte Betriebsart, die Parameter der gewählten Meßmethode, den aufgenommenen Spektralbereich und die Meßresultate.

1.1.2. GRAPHIK-SOFTWARE

Das Spektrometer enthält standardmäßig eine Graphik-Software. Sie ermöglicht es, Spektren sowie Meßdaten von Messungen bei fester Wellenlänge in Echtzeit auf dem Bildschirm darzustellen, zu speichern und rechnerisch umzuwandeln.
Die Anzeige der Meßsignale auf dem Bildschirm ist in allen zur Wahl stehenden Betriebsarten (Time Drive, Spektrenaufnahme, Wellenlängenprogramm usw.) möglich. Wenn das Spektrometer mit dem Kinetik-Programm (wahlweises Zubehör) ausgestattet ist, können in den Betriebsarten Enzym- und Substratbestimmung die Meßsignale ebenfalls graphisch auf dem Bildschirm dargestellt werden.

1.1.3. WAHLWEISES ZUBEHÖR

Zum Aufzeichnen der verschiedenen auf dem Bildschirm angezeigten Informationen ist ein Graphikdrucker vorgesehen (vgl. Abschnitt 9.3).
Er ermöglicht den bedarfsweisen oder automatischen Ausdruck der eingestellten Geräteparameter, der Bildschirmgraphik und der Meßergebnisse der verschiedenen Meßmethoden.
Der Drucker ist Bestandteil bestimmter Geräteversionen oder kann nachträglich oder zusätzlich als wahlweises Zubehör bestellt werden.

Mit dem Wellenlängenprogramm (wahlweises Zubehör) können von jeder Probe nacheinander Messungen bei bis zu 6 verschiedenen Wellenlängen automatisch durchgeführt werden.

Mit dem Kinetiksystem (wahlweises Zubehör) kann die Enzymaktivität oder die Substratkonzentration mit Hilfe kinetischer Messungen bestimmt werden.
Der Reaktionsverlauf wird auf dem Bildschirm dargestellt und kann nach beendeter Messung ausgedruckt werden.

Im Kapitel 9 ist das wahlweise erhältliche Zubehör aufgelistet.

1.2. TECHNISCHE DATEN

1.2.1. ALLGEMEINE SPEKTROMETERDATEN

Spektrometertyp	Mikrocomputergesteuertes Zweistrahl-UV/VIS-Spektrometer mit elektronischer Verhältnisbildung, integriertem Bildschirm und programmabhängigen Multifunktionstasten (Soft Keys). Anschlußmöglichkeit für einen Printer/Plotter zur Spektrenregistrierung und alphanumerischen Datenausgabe.
Optik (Lambda 15)	Reflektionsoptik mit Gitter-Monochromator in Littrow-Anordnung. Holographisches Gitter mit 1440 Linien/mm. Automatischer Lampen- und Filterwechsel mit der Wellenlängenänderung (Scanning).
Optik (Lambda 17)	Reflektionsoptik mit Vor- und Hauptmonochromator. Vormonochromator mit holographischem Konkavgitter mit 600 Linien/mm. Hauptmonchromator in Littrow-Anordnung mit holographischem Gitter mit 1440 Linien/mm. Automatischer Lampen- und Filterwechsel mit der Wellenlängenänderung (Scanning).
Strahlungsquellen	Vorjustierte Wolfram-Halogenlampe für den VIS-Bereich; Vorjustierte Deuterium-Entladungslampe für den UV-Bereich.
Detektor	Photomultiplier (PMT) R928
Zulässige Umgebungstemperatur	15...35 °C
Netzanschluß	100/115/200/220/230/240 V, +/- 10 %; umschaltbar; 50 oder 60 Hz
Leistungsaufnahme	400 VA
Abmessungen	990 mm x 520 mm x 610 mm (B x H x T)
Gewicht	ca. 500 N (50 kg)

Abszisse

Wellenlängenbereich	190...900 nm
Wellenlängen-genauigkeit	+/- 0,3 nm
Wellenlängen-reproduzierbarkeit	+/- 0,1 nm
Spektrale Bandbreite (Auflösung)	0,25/1/2/4 nm bei 656,1 nm (bestimmt über Peak-Halbwertsbreite)

Ordinate

Falschlichtanteil (Lambda 15)	weniger als 0,02 % bei 220/340/370 nm. (Spalt 2 nm, Zeitkonstante 2 s)
Falschlichtanteil (Lambda 17)	weniger als 0,001 % bei 220 nm, weniger als 0,0005 % bei 340/370 nm (Spalt 2 nm, Zeitkonstante 2 s)
Photometrische Richtigkeit (Lambda 15)	+/- 0,003 Extinktionseinheiten bei Extinktion 1 (gemessen mit NBS-930-Filtern)
Photometrische Richtigkeit (Lambda 17)	+/- 0,004 Extinktionseinheiten bei Extinktion 1 (gemessen mit NBS-930-Filtern)
Photometrische Reproduzierbarkeit	+/- 0,001 Extinktionseinheiten bei Extinktion 1
Stabilität	besser als 0,0005 Extinktionseinheiten/h (340 nm, Spalt 4 nm, Zeitkonstante 5 s, Extinktion 0, nach Aufwärmen)
Rauschpegel	weniger als 0,0002 Extinktionseinheiten (500 nm, Spalt 4 nm, Zeitkonstante 5 s, Extinktion 0, über 3 min von Peak zu Peak)
Basislinien-stabilität	+/- 0,001 Extinktionseinheiten (200...850 nm, Spalt 4 nm, Zeitkonstante 2 s, Scan-Geschwindigkeit 60 nm/min, beide Strahlen durch Luft)

Datenausgänge

Printer	Datenausgang für Drucker FX-85 (Epson; wahlweises Zubehör)
RS-232C (wahlweises Zubehör)	Gepufferte bidirektionale RS-232C-Schnittstelle zum Anschluß des Spektrometers an die RS-232C-Schnittstelle eines Rechners.
Schreiberausgang (wahlweises Zubehör)	Steuer- und Analogausgang zum Anschluß eines Schreibers (wahlweises Zubehör). Meßbereich 1 V; Start/Stop des Papiervorschubs vom Spektrometer gesteuert.

Statusanzeige

Permanent auf dem Bildschirm	Datum und Uhrzeit Abszisse: 4stellig, auf 0,1 nm genau Ordinate: 0,0...99999 % Transmission; -5,000 bis 5,000 Extinktion; 0,000 bis 50000 Konzentrationseinheiten Methode: Betriebsart, Probenaufgabesystem Status des Systems

1.2.2. METHODENPARAMETER

Betriebsart Time Drive

Meßwertausgabe	Durchlässigkeit (%T), Exinktion (A), Konzentration (CONC)
Zeitkonstante	Automatische Einstelllung in Abhängigkeit vom eingestellten Spalt. Manuell vorwählbar: 0/0,2/0,5/1/2/5/10 Sekunden (98 % Skalenvollausschlag)
Strahlungsquelle	Automatischer Wechsel der Strahlungsquelle bei 332,8 nm; vorwählbar im Bereich 300...340 nm. Manuelle Vorwahl der UV- oder VIS-Strahlungsquelle
Wiederholte Messung einer Probe	1...99 Meßzyklen; 0,01...99,99 min Zykluszeit
Konzentrations-kalibrierung (CONC)	Ein- oder Zwei-Standard-Kalibrierung; Eingabe eines Konzentrationsfaktors (K-Faktor)

Datenausgabe	Aufzeichnung der Meßsignale als Funktion der Zeit auf dem Bildschirm. Alphanumerische Anzeige der Meßergebnisse. Programmierbarer oder bedarfsweiser Ausdruck der Meßdaten über angeschlossenen Drucker. Drei verschiedene Ausdruckformate der angezeigten Meßsignale zur Wahl.
Ordinaten-grenzwerte	0.000 %T bis +/- 9999 %T 0.000 A bis +/- 9999 A 0.000 CONC bis +/- 9999 CONC

Betriebsart Scan Mode

Meßwertausgabe	Durchlässigkeit (%T), Extinktion (A), 1. bis 4. Ableitung, relative Energieeinheiten (Einstrahlbetrieb)
Verstärkung	0.1 bis 25 in 0.1-Schritten bei Meßwertausgabe in relativen Energieeinheiten (Einstrahlbetrieb)
Wellenlängenvorschub (Scan-Geschwindigkeit)	7,5/30/60/120/240/480/960/1440 nm/min
Zeitkonstante	Automatische Einstellung in Abhängigkeit vom eingestellten Spalt und vorgewählter Scan-Geschwindigkeit. Manuell vorwählbar: 0/0,2/0,5/1/2/5/10 Sekunden (98 % Skalenvollausschlag)
Strahlungsquelle	Automatischer Wechsel der Strahlungsquelle bei 332,8 nm; vorwählbar im Bereich 300...340 nm. Manuelle Vorwahl der UV- oder VIS-Strahlungsquelle
Wiederholte Messung einer Probe	1...99 Meßzyklen; 0,01...99,99 min Zykluszeit
Wellenlängen-differenz	1/2/3/4/6/8/10 nm (zur Berechnung der 1. bis 4. Ableitung)
Datenausgabe	Aufzeichnung der Ordinatenwerte als Funktion der Wellenlänge auf dem Bildschirm. Alphanumerische Anzeige der Meßergebnisse. Programmierbarer oder bedarfsweiser Ausdruck der Meßdaten über angeschlossenen Drucker. Drei verschiedene Ausdruckformate der angezeigten Meßsignale zur Wahl.
Ordinaten-grenzwerte	0.000 %T bis +/- 9999 %T 0.000 A bis +/- 9999 A 0.000 CONC bis +/- 9999 CONC
Registrierbereich (Scan-Bereich)	Max. 900 nm bis 190 nm, obere und untere Grenze vorwählbar.

Betriebsart Wavelength Program Mode (wahlweises Zubehör)

Meßwertausgabe	Transmission (%T), Extinktion (A)
Zeitkonstante	Automatische Einstellung in Abhängigkeit vom eingestellten Spalt. Manuell vorwählbar: 0/0,2/0,5/1/2/5 oder 10 Sekunden (98 % Skalenvollauschlag)
Strahlungsquelle	Automatischer Wechsel der Strahlungsquelle bei 332,8 nm; vorwählbar im Bereich 300...340 nm. Manuelle Vorwahl der UV- oder VIS-Strahlungsquelle
Datenausgabe	Aufzeichnung der Meßsignale als Funktion der Zeit auf dem Bildschirm. Alphanumerische Anzeige der Meßergebnisse. Programmierbarer oder bedarfsweiser Ausdruck der Meßdaten über angeschlossenen Drucker. Drei verschiedene Ausdruckformate der angezeigten Meßsignale zur Wahl.
Ordinaten-grenzwerte	0.000 %T bis +/- 9999 %T 0.000 A bis +/- 9999 A
Abszisse	Max. 6 Wellenlängen vorwählbar

Betriebsart Enzyme Mode (wahlweises Zubehör)

Zeitkonstante	Automatische Einstellung in Abhängigkeit vom eingestellten Spalt. Manuell vorwählbar: 0/0,2/0,5/1/2/5 oder 10 Sekunden (98 % Skalenvollauschlag)
Strahlungsquelle	Automatischer Wechsel der Strahlungsquelle bei 332,8 nm; vorwählbar im Bereich 300...340 nm. Manuelle Vorwahl der UV- oder VIS-Strahlungsquelle
Datenausgabe	Aufzeichnung der Meßsignale als Funktion der Zeit auf dem Bildschirm. Alphanumerische Anzeige der Meßergebnisse. Programmierbarer oder bedarfsweiser Ausdruck der Meßdaten über angeschlossenen Drucker. Drei verschiedene Ausdruckformate der angezeigten Meßsignale zur Wahl.
Ordinaten-grenzwerte	0 A bis +/- 9999 A
Messungen	Anzahl: 2...99, vorwählbar Zeitabstand: 0,01...99,99 min, vorwählbar
Wartezeit vor Meßdatenaufnahme	0,00...99,99 min, vorwählbar

Auswertung	Aus den aufgenommenen Meßdaten Bestimmung der Geschwindigkeit der Extinktionsänderung in Extinktionseinheiten/min, des Lineritätsfaktors der Meßpunkte, der Standardabweichung der Meßpunkte. Errechnen der Enzymaktivität über eingegebenen kinetischen Faktor.

Betriebsart Substrate Mode (wahlweises Zubehör)

Zeitkonstante	Automatische Einstellung in Abhängigkeit vom eingestellten Spalt. Manuell vorwählbar: 0/0,2/0,5/1/2/5 oder 10 Sekunden (98 % Skalenvollauschlag)
Strahlungsquelle	Automatischer Wechsel der Strahlungsquelle bei 332,8 nm; vorwählbar im Bereich 300...340 nm. Manuelle Vorwahl der UV- oder VIS-Strahlungsquelle
Datenausgabe	Aufzeichnung der Meßsignale als Funktion der Zeit auf dem Bildschirm. Alphanumerische Anzeige der Meßergebnisse. Programmierbarer oder bedarfsweiser Ausdruck der Meßdaten über angeschlossenen Drucker. Drei verschiedene Ausdruckformate der angezeigten Meßsignale zur Wahl.
Ordinaten-grenzwerte	0 A bis +/- 9999 A
Messungen	Anzahl: 2...99, vorwählbar Zeitabstand: 0,01...99,99 min, vorwählbar
Auswertung	Ermittlung des Extinktionsanteils der Nebenreaktionen mit schleichendem Verlauf und Korrektur der gemessenen Extinktionsänderung um diesen Betrag. Errechnen der Substratkonzentration in der Probe über eingegebenen kinetischen Faktor.

1.3. OPTISCHES SYSTEM

1.3.1. LAMBDA 15

Zur Veranschaulichung ist in Bild 1-1 eine dreidimensionale Darstellung des optischen Systems des Lambda 15 wiedergegeben.
Im Bild 1-2 ist die Anordnung der optischen Elemente schematisch dargestellt.

Das UV/VIS-Spektrometer enthält einen Monochromator in Littrow-Anordnung mit einem holographischen Gitter mit einer Liniendichte von 1440 Linien/mm.

Die Filtereinheit besteht aus einem Filterrad FW mit verschiedenen optischen Filtern und einer Durchgangsöffnung sowie dem Lampenwechselspiegel M2.
Das Filterrad ist über einen Schrittmotor verstellbar und wird vom Mikrocomputer in Synchronisation mit dem Monochromatorgitter G1 gesteuert.

Im VIS-Bereich wird die Strahlung der Wolfram-Halogenlampe HL vom Lampenwechselspiegel M2 und dem Lampenspiegel M1 reflektiert und durch das für den jeweiligen Spektralbereich erforderliche Filter geleitet.
Im VIS-Bereich wird die Strahlung der Deuteriumlampe vom Lampenwechselspiegel M2 blockiert.

Im UV-Bereich ist der Lampenwechselspiegel M2 so verschoben, daß die Strahlung der Deuteriumlampe durch eine Öffnung im Lampenwechselspiegel auf den Lampenspiegel M1 gelangt.
An diesem Spiegel wird die Strahlung reflektiert und passiert dann durch eine Durchtrittsöffnung die Filtereinheit.

Nach dem Passieren der Filtereinheit wird die Strahlung von einer Sammellinse FL fokussiert und durch den Eintrittsspalt des Monochromators über den Kollimatorspiegel M3 zum Monochromatorgitter G1 geschickt.
Am Gitter G1 wird die Strahlung spektral zerlegt und über den Kollimatorspiegel M3 zum Austrittspalt des Monochromators gelenkt.
Der Austrittspalt bestimmt die spektrale Bandbreite der austretenden Strahlung der gewählten Wellenlänge.
Vier einstellbare Spaltpaare (Aus- und Eintrittspalt) stehen zur Einstellung der spektralen Bandbreiten von 0,25 nm, 1 nm, 2 nm und 4 nm zur Wahl.

Die monochromatische Strahlung wird vom Planspiegel M4 auf den Hohlspiegel M5 gelenkt, von diesem fokussiert und zum rotierenden Sektorspiegel (Chopper) C weitergeleitet.
Der Chopper besteht aus vier Segmenten:
- einem reflektierenden Segment R (Spiegel),
- einem strahldurchlässigen Segment S,
- zwei strahlundurchlässigen (blockierenden) Segmenten D (Dunkelphase).

Ist Segment R im Strahlengang, reflektiert es das Strahlbündel auf den Spiegel M6 und wird von diesem weiter durch die Vergleichsküvette (Referenz) geschickt.
Ist Segment S im Strahlengang, läßt der Chopper das Strahlbündel zum Spiegel M8 durch und es wird von diesem weiter durch die Probenküvette geschickt.
Die Segmente D blockieren die Strahlung vollständig. Dies ergibt zwischen jedem Wechsel von Meß- und Referenzstrahl eine Dunkelphase, die am Photomultiplier ein Dunkelsignal erzeugt.

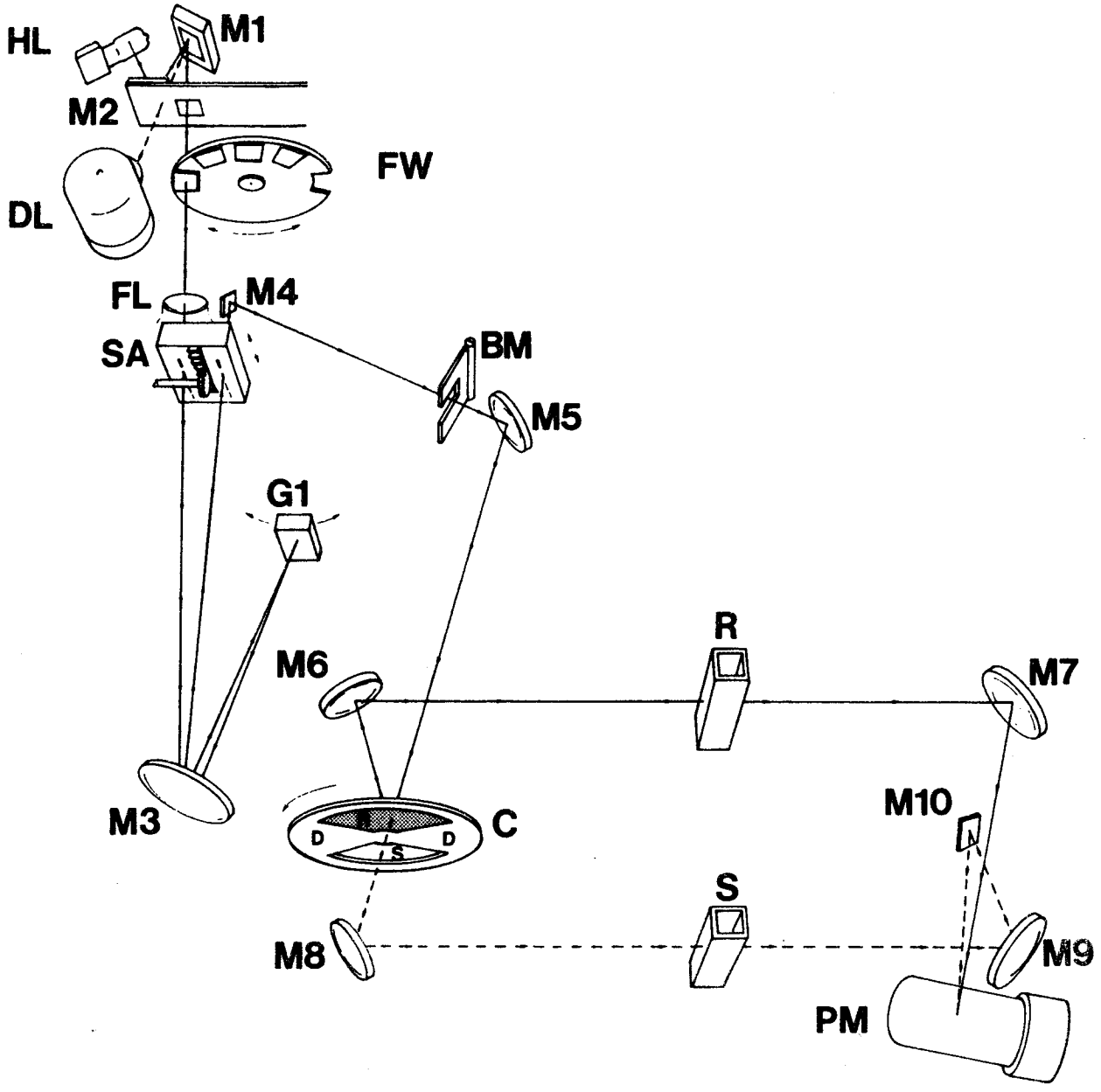


Bild 1-1. Optisches System (Lambda 15)

Die beiden Spiegel M6 und M8 fokussieren die Strahlung jedes Strahlbündels in einer Ebene innerhalb der Küvetten.
In dieser Ebene hat das Strahlbündel einen Querschnitt von 1 mm x 10 mm (bei einer spektralen Spaltbreite von 2 nm).

Nach dem Durchgang durch die Küvetten wird die Strahlung der beiden Strahlbündel durch die Hohlspiegel M7 bzw. M9 fokussiert.
Der Referenzstrahl gelangt danach direkt zum Photomultiplier, während der Meßstrahl erst über den Planspiegel zum Photomultiplier geleitet wird.

Nur optisch gleichartige Spiegel werden für Meß- und Referenzstrahlengang verwendet. Die Reflexionswinkel und die optische Weglänge sind bei Meß- und Referenzstrahl identisch.
Diese Maßnahmen garantieren optimale photometrische Bedingungen.

Bei allen Messungen mit Mikroküvetten ist eine Reduzierung des Strahlquerschnitts in der Höhe möglich.
Hierzu ist eine drehbare Blende BM vor dem Spiegel M5 angebracht.
Wenn die Blende in den Strahlengang gedreht wird, reduziert sich die Höhe des Strahlbündels in der Küvettenebene auf ca. 4 mm.

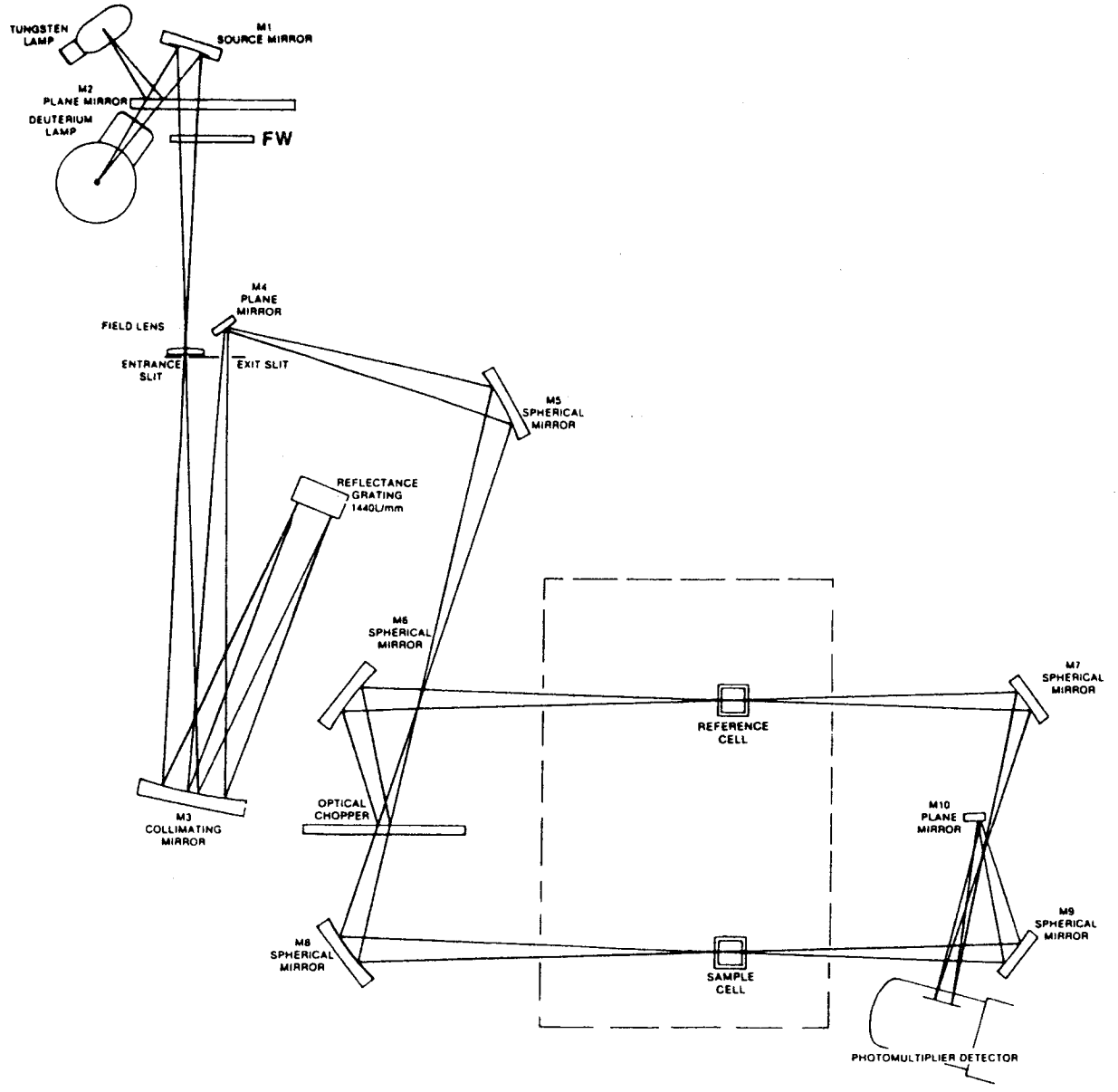


Bild 1-2. Strahlenführung, schematisch (Lambda 15)

1.3.2. LAMBDA 17

Zur Veranschaulichung ist in Bild 1-3 eine dreidimensionale Darstellung des optischen Systems des Lambda 17 wiedergegeben.
Im Bild 1-4 ist die Anordnung der optischen Elemente schematisch dargestellt.

Der Monochromatorteil des optischen Systems setzt sich zusammen aus einem Vor- und einem Hauptmomochromator mit jeweils einem Gitter.
Das Gitter G1 des Vormonochromators besteht aus einem konkaven holographischen Gitter mit einer Liniendichte von 600 Linien/mm, während der Hauptmonochromator ein holographisches Gitter G2 mit 1440 Linien/mm enthält.

Die Filtereinheit besteht aus einem Filterrad FW mit verschiedenen optischen Filtern und einer Durchgangsöffnung sowie dem Lampenwechselspiegel M2.
Das Filterrad ist über einen Schrittmotor verstellbar und wird vom Mikrocomputer in Synchronisation mit dem Monochromatorgitter G2 gesteuert.
Der Spiegelarm, auf dem der Lampenwechselspiegel M2 montiert ist, wird in Synchronisation mit dem Filterrad angehoben und abgesenkt.

Im VIS-Bereich wird der Spiegelarm abgesenkt. Dadurch wird die Strahlung der Deuteriumlampe DL blockiert, während die Strahlung der Wolfram-Halogenlampe HL vom Lampenwechselspiegel M2 auf das Gitter G1 reflektiert wird.
Die Strahlung der Strahlungsquelle wird an diesem Gitter vorzerlegt.
Entsprechend der Stellung des Gitters G1 wird der benötigte Spektralbereich reflektiert und durch die Öffnung im Spiegelarm zum Filterrad geleitet.
Die Drehposition des Gitters G1 ist mit derjenigen des Gitters G2 des Hauptmonochromators synchronisiert, damit die Korrelation mit dem erzeugten Spektralbereich gewährleistet bleibt.

Wenn der Spiegelarm angehoben ist, gelangt die Strahlung der Deuteriumlampe DL auf das Gitter G1 und wird von diesem durch das Fenster im Filterrrad zum Hauptmonochromator reflektiert.
Während eines Filter- oder Strahlungsquellenwechsels unterbricht das Spektrometer den Scan-Vorgang bis der Wechsel ausgeführt ist.

Nach dem Passieren der Filtereinheit wird die Strahlung von einer Sammellinse FL fokussiert und durch den Eintrittsspalt des Monochromators über den Kollimatorspiegel M3 zum Monochromatorgitter G2 geschickt.
Am Gitter G2 wird die Strahlung spektral zerlegt und über den Kollimatorspiegel M3 zum Austrittspalt des Monochromators gelenkt.
Der Austrittspalt bestimmt die spektrale Bandbreite der austretenden Strahlung der gewählten Wellenlänge.
Vier einstellbare Spaltpaare (Aus- und Eintrittspalt) stehen zur Einstellung der spektralen Bandbreiten von 0,25 nm, 1 nm, 2 nm und 4 nm zur Wahl.

Die monochromatische Strahlung wird vom Planspiegel M4 auf den Hohlspiegel M5 gelenkt, von diesem fokussiert und zum rotierenden Sektorspiegel (Chopper) C weitergeleitet.
Der Chopper besteht aus vier Segmenten:
- einem reflektierenden Segment R (Spiegel),
- einem strahldurchlässigen Segment S,
- zwei strahlundurchlässigen (blockierenden) Segmenten D (Dunkelphase).

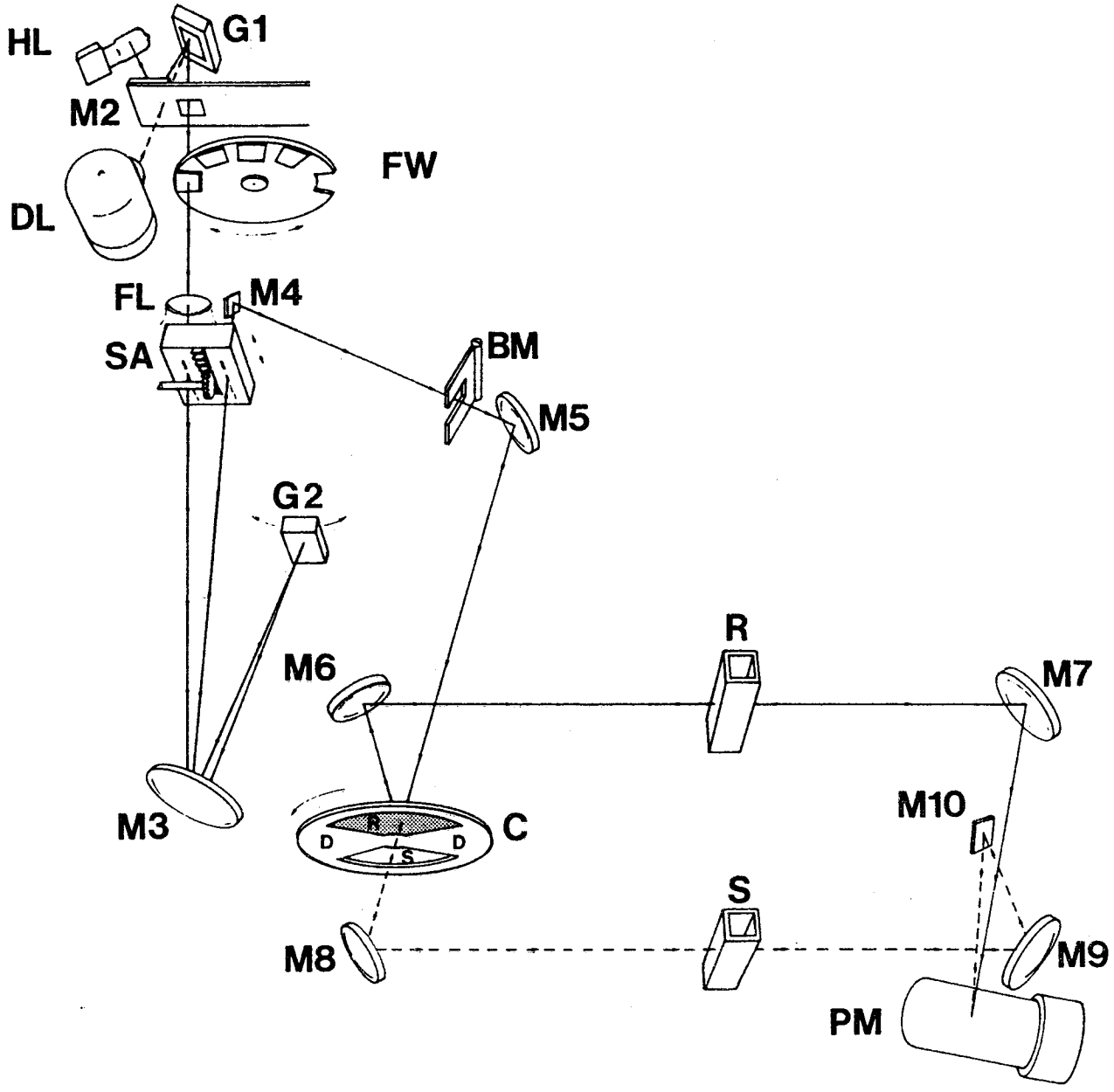


Bild 1-3. Optisches System (Lambda 17)

Ist Segment R im Strahlengang, reflektiert es das Strahlbündel auf den Spiegel M6 und wird von diesem weiter durch die Vergleichsküvette R geschickt.
Ist Segment S im Strahlengang, läßt der Chopper das Strahlbündel zum Spiegel M8 durch und es wird von diesem weiter durch die Probenküvette S geschickt.
Die Segmente D blockieren die Strahlung vollständig. Dies ergibt zwischen jedem Wechsel von Meß- und Referenzstrahl eine Dunkelphase, die am Photomultiplier ein Dunkelsignal erzeugt.

Die beiden Spiegel M6 und M8 fokussieren die Strahlung jedes Strahlbündels in einer Ebene innerhalb der Küvetten.
In dieser Ebene hat das Strahlbündel einen Querschnitt von 1 mm x 10 mm (bei einer spektralen Spaltbreite von 2 nm).

Nach dem Durchgang durch die Küvetten wird die Strahlung der beiden Strahlbündel durch die Hohlspiegel M7 bzw. M9 fokussiert.
Der Referenzstrahl gelangt danach direkt zum Photomultiplier, während der Meßstrahl erst über den Planspiegel zum Photomultiplier geleitet wird.

Nur optisch gleichartige Spiegel werden für Meß- und Referenzstrahlengang verwendet. Die Reflexionswinkel und die optische Weglänge sind bei Meß- und Referenzstrahl identisch.
Diese Maßnahmen garantieren optimale photometrische Bedingungen.

Bei allen Messungen mit Mikroküvetten ist eine Reduzierung des Strahlquerschnitts in der Höhe möglich.
Hierzu ist eine drehbare Blende BM vor dem Spiegel M5 angebracht.
Wenn die Blende in den Strahlengang gedreht wird, reduziert sich die Höhe des Strahlbündels in der Küvettenebene auf ca. 4 mm.

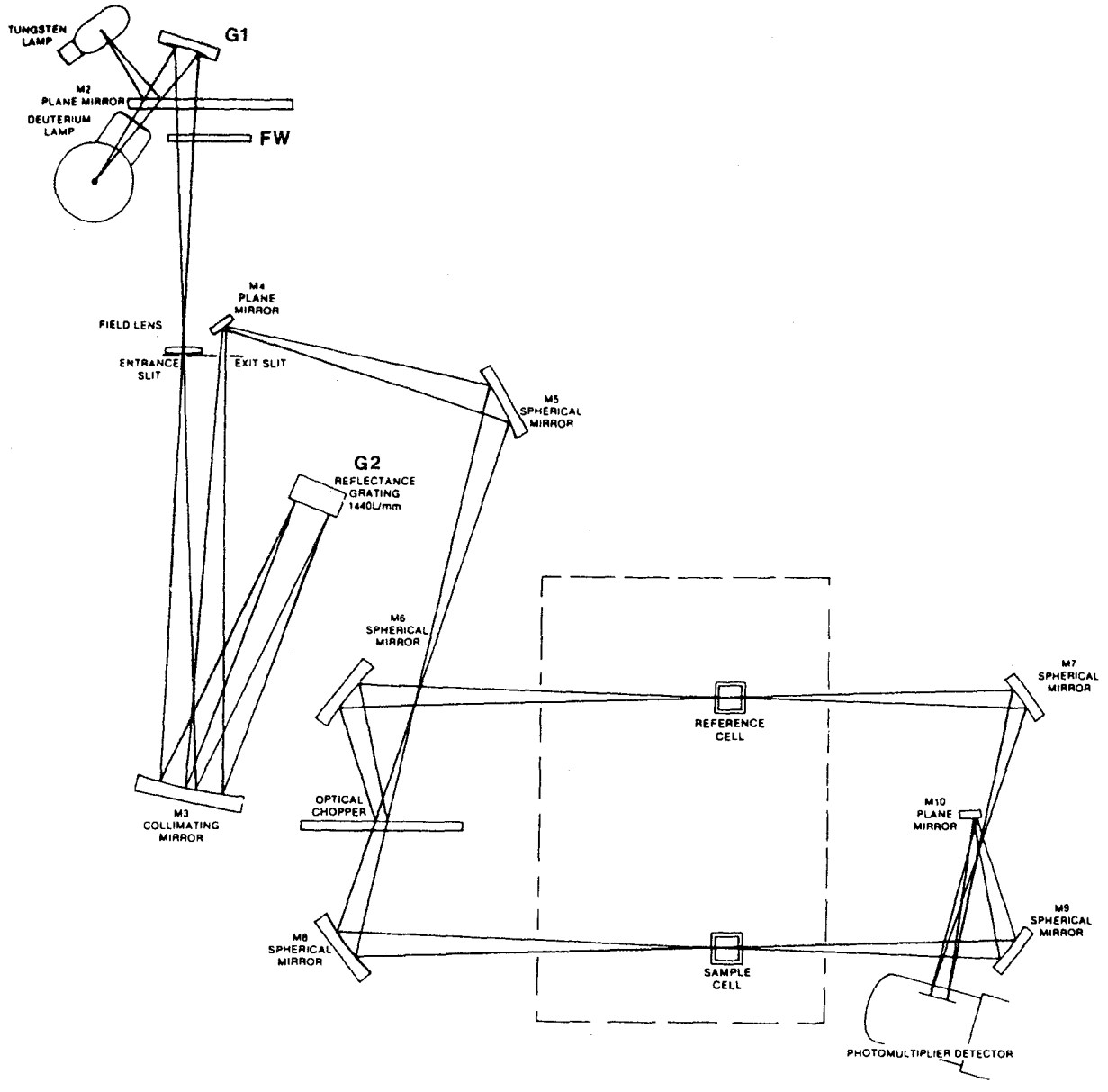


Bild 1-4. Strahlenführung, schematisch (Lambda 17)

1.4. EINSCHALTROUTINE UND ABSZISSENKALIBRIERUNG

Das Spektrometer durchläuft nach dem Einschalten automatisch eine Einschaltroutine. Während dieser Routine führt das Gerät einige Systemüberprüfungen und eine Wellenlängen(Abszissen)-Kalibrierung selbsttätig durch.
Diese Kalibrierung erfolgt bei der scharfen Emissionslinie von 656,1 nm der Deuteriumlampe.
Während der Einschaltroutine durchfährt der Monochromator diese Emissionslinie, um die Gitterposition mit der Abszissenanzeige abzugleichen.
Danach bleibt der Monochromator auf einer zufälligen Wellenlänge bei ca. 640 nm stehen.

Während des Ablaufs der Einschaltroutine erscheint auf der STATUS-Linie der Bildschirmanzeige die Meldung BUSY.
Wenn die Einschaltroutine beendet ist, wechselt die STATUS-Anzeige auf READY und daneben wird auf dem Bildschirm der aktuelle Abszissen- und Ordinatenwert angezeigt.

1.5. BASISLINIENKORREKTUR

Das Spektrometer erlaubt die Basislinienkorrektur auf zwei verschiedene Arten.
Beide werden durch Betätigen der Taste BACK CORR veranlaßt.

Für Messungen bei konstanter Wellenlänge kann eine Untergrundkorrektur durchgeführt werden, indem der Korrekturwert, z. B. hervorgerufen durch die Extinktion einer Referenzlösung, automatisch vom Meßwert der Probe subtrahiert wird.

Dies geschieht dadurch, daß Küvetten mit der Leerwert- oder Referenzlösung in beide Küvettenhalter (Proben- und Referenzküvettenhalter) eingesetzt werden und die Taste BACK CORR zweimal betätigt wird.
Dadurch wird die Ordinatenanzeige auf 100 %T bzw. 0 Extinktion (0 A) gesetzt und der Korrekturwert für die folgenden Messungen abgespeichert.

Für die Registrierung eines Spektrums kann die Basislinienkorrektur z. B. dann angewandt werden, wenn Unterschiede in den Durchlässigkeitswerten der Küvetten vorliegen oder Blindlösungen verwendet werden, die im zu registrierenden Bereich selbst ein Absorptionsspektrum erzeugen.
Die Korrektur erfolgt durch das Sammeln und Abspeichern von Korrekturdaten bei bestimmten Wellenlängen in bestimmten Intervallen.
Dies wird durch Betätigen der Tasten BACK CORR, gefolgt vom Drücken der Taste RUN/STOP ausgelöst.
Die Intervalle sind vom gegebenen Registrierbereich abhängig wie folgt:

Registrierbereich (nm)	45	90	180	360	710
Intervall (nm)	0,05	0,1	0,2	0,4	0,8

1.6. GRAPHIK-SOFTWARE

Das Spektrometer enthält standardmäßig eine Graphik-Software. Sie ermöglicht es, Spektren sowie Meßdaten von Time-Drive-Messungen (Messungen bei fester Wellenlänge) in Echtzeit auf dem Bildschirm darzustellen, zu speichern und rechnerisch umzuwandeln.
Die Anzeige der Meßsignale auf dem Bildschirm ist möglich in den Betriebsarten Time Drive, Spektrenregistrierung (Scanning) und Wellenlängenprogramm. Wenn das Spektrometer mit dem Kinetik-Programm (wahlweises Zubehör) ausgestattet ist, können in den Betriebsarten Enzym- und Substratbestimmung die Meßsignale ebenfalls graphisch auf dem Bildschirm dargestellt werden.

Mit der Graphik-Software können aufgenommene Spektren addiert, subtrahiert oder in der Abszisse und Ordinate gedehnt dargestellt werden.
Spektrendaten, die in einem bestimmten Ordinatenmodus aufgenommen worden sind, können abgerufen und in der Reihenfolge und Richtung Transmission → Extinktion → 1. Ableitung → 2. Ableitung → 3. Ableitung → 4. Ableitung in einen anderen Ordinatenmodus übertragen werden.

Eine Cursorfunktion erlaubt es, in der Graphik die Ordinatenwerte bei jeder beliebigen Abszissenstelle zu bestimmen und anzuzeigen.
Die Ordinaten- und Abszissenwerte der Meßpunkte können in eine selbsterstellte Tabelle eingetragen und festgehalten werden.
Weiterhin können mit der Cursorfunktion beliebige Teilbereiche im Spektrum über den gesamten Bildschirm gedehnt dargestellt werden (Zoom-Effekt).

Der Graphikspeicher hat eine Kapazität von 16 kByte und erlaubt das Abspeichern von bis zu 6 Spektren- oder Meßdatendateien (Files).
Die Informationen für jeden Datenpunkt des aufgenommenen Spektrums bzw. der Meßdaten werden in 4 Bytes gespeichert.
Die Speicherkapazität beläuft sich auf maximal 4080 Datenpunkte.
Diese 4080 Datenpunkte können auf bis zu 6 Speicherbereiche verteilt werden.
Für die einzelnen Dateien stehen daher folgende Speicherkapazitäten zur Verfügung:

Anzahl Dateien	Speicherkapazität pro Datei (kByte)	Datenpunkte pro Datei
1	16	4080
2	8	2040
3	5,3	1360
4	4	1020
5	3,2	812
6	2,66	680

Die Auflösung, mit der Spektren gespeichert werden, hängt ab von
- der gewählten Anzahl Spektrendateien,
- dem aufgenommenen Spektralbereich (Scan-Bereich).

Der maximale Scan-Bereich des Spektrometers reicht von 900 nm bis 190 nm. Das bedeutet, bei einem Spektrum über den gesamten Bereich beträgt die Auflösung für die einzelnen Spektren-Datenpunkte 0,18 nm, wenn nur eine Spektrendatei angelegt wird, oder eine Auflösung von 1,1 nm pro Datenpunkt, wenn 6 Spektrendateien angelegt werden.
Reicht der Scan-Bereich z. B. von 400 nm bis 200 nm, beträgt bei nur einer Datei die Auflösung 0,05 nm pro Datenpunkt und bei 6 Dateien 0,3 nm pro Datenpunkt.

Die Anzahl der Datenpunkte eines Spektrums und die Auflösung der gespeicherten Spektrendateien können berechnet werden wie folgt:

1. Die Zykluszeit des Mikroprozessors in der Rechnereinheit für die Aufnahme eines Datenpunkts beträgt 0,05 Sekunden.
   Pro Sekunde bildet er 20 Datenpunkte.
   Die Zeit t für eine Spektrenaufnahme (Scan) beträgt

$$t = \frac{W1 - W2}{V_s} \times 60 \quad \text{(Sekunden)}$$

   W1 = Startwellenlänge in (nm)

   W2 = Endwellenlänge in (nm)

   V_s = Registrier(Scan)geschwindigkeit (nm/min)

2. Die Anzahl N_s der Datenpunkte in einem Spektrum sind gegeben durch

$$N_s = (20 \times t) + 1$$

3. Die Auflösung R_s im aufgenommenen Spektrum ergibt sich durch

$$R_s = \frac{W1 - W2}{N_s} \quad \text{(nm/Datenpunkt)}$$

4. Der Reduktionsfaktor F_r für das abgespeicherte Spektrum ergibt sich durch

$$F_r = \frac{N_s}{N_m}$$

   N_s = Anzahl Datenpunkte/Spektrum

   N_m = Anzahl Datenpunkte/Datei

Beispiel:

Startwellenlänge W1:	500	nm
Endwellenlänge W2:	200	nm
Scangeschwindigkeit V_s:	120	nm/min
Anzahl Dateien:	6	
Ergibt (s. o.):	680	Datenpunkte/Datei

$$t = \frac{(500 - 200)}{120} \times 60 = 150 \text{ s}$$

$$N_s = (20 \times 150) + 1 = 3001 \quad \text{(Datenpunkte)}$$

$$R_s = \frac{(500 - 200)}{3001} = 0{,}1 \quad \text{(nm/Datenpunkt)}$$

$$F_r = \frac{3001}{680} = 4{,}4$$

Aufgerundet bedeutet dies, daß nur jeder 5. Datenpunkt des aufgenommenen Spektrums gespeichert wird.
Die Auflösung R_m des gespeicherten Spektrums beträgt deshalb

$$R_m = 0{,}1 \times 5 = 0{,}5 \quad \text{(nm/Datenpunkt)}$$

Die Auflösung des gespeicherten Spektrums kann nur m. E. aus dem Ausdruck der Graphikseite entnommen werden, denn die Kurve auf dem Bildschirm ist auf ca. 620 Bildpunkte begrenzt und der Ausdruck entspricht immer dem angezeigten Bildschirminhalt und nicht den gespeicherten Daten.
Liegen in der Spektrendatei mehr Datenpunkte (z. B. 1360) vor als auf dem Bildschirm dargestellt werden können, nimmt der Rechner für die Graphik eine Datenreduktion vor (z. B. wird nur jeder 2. Datenpunkt angezeigt).

WICHTIG: Die Informationen jedes Datenpunkts bleiben jedoch im Arbeitsspeicher des Rechners voll erhalten.
D. h. mit der Cursorfunktion kann von jedem gespeicherten Datenpunkt der Abszissen- und Ordinatenwert ausgelesen werden, selbst wenn der Datenpunkt nicht auf dem Bildschirm angezeigt wird.

Liegen in der Spektrendatei weniger Datenpunkte (z. B. 400) vor als der Bildschirm zuläßt, interpoliert der Rechner zwischen den einzelnen Datenpunkten und ergänzt dadurch die Graphik.

ANMERKUNG: Die Datenpunkte auf der Graphikseite können mit der Cursorfunktion sichtbar gemacht werden.
Durch einzelnes Betätigen der CURSOR-Soft-Keys (s. Abschnitt 3.7) springt der Cursor nur von einem Datenpunkt zum nächsten. Daher ergeben sich bei sehr vielen Datenpunkten sehr kleine Cursorsprünge und bei sehr wenigen Datenpunkten deutlich größere Cursorsprünge.

Die Anzahl der Datenpunkte einer Messung bei konstanter Wellenlänge und die eventuell auftretende Datenreduktion durch die gewählte Speicherkapazität kann berechnet werden wie folgt:

1. Der Rechner bildet 20 Datenpunkte/Sekunde.
   Die Zeit t in Minuten für die Dauer der Meßdatenaufnahme ergibt sich aus der Länge der Zeitachse auf der Graphikseite.
   Sie wird bestimmt aus dem Produkt aus den Eingaben für NO OF CYCLES und CYCLE TIME (bei Meßmethode TIME DRIVE, WAV PROG und ENZYME) bzw. zusätzlich aus der Eingabe für REACTION TIME (bei Meßmethode SUBSTRATE).

2. Die Anzahl N_t der Datenpunkte der Messung sind gegeben durch

   $$N_t = (20 \times t \times 60) + 1$$

3. Der Reduktionsfaktor F_r für die abgespeicherte Messung ergibt sich aus

   $$F_r = \frac{N_t}{N_m}$$

   N_t = Anzahl Datenpunkte/Messung

   N_m = Anzahl Datenpunkte/Datei

   Beispiel: Meßmethode TIME DRIVE

NO OF CYCLES:	3
CYCLE TIME:	0,6 min
Anzahl Dateien:	6
Ergibt (s. o.):	680 Datenpunkte/Datei

   Gesamtmeßzeit: $t = 3 \times 0{,}6 = 1{,}8$ min

   $$N_t = (20 \times 1{,}8 \times 60) + 1 = 1161 \quad \text{(Datenpunkte)}$$

   $$F_r = \frac{1161}{680} = 1{,}7$$

   Aufgerundet bedeutet dies, daß nur jeder 2. Datenpunkt der Messung gespeichert wird.

1.7. PROBENRAUM

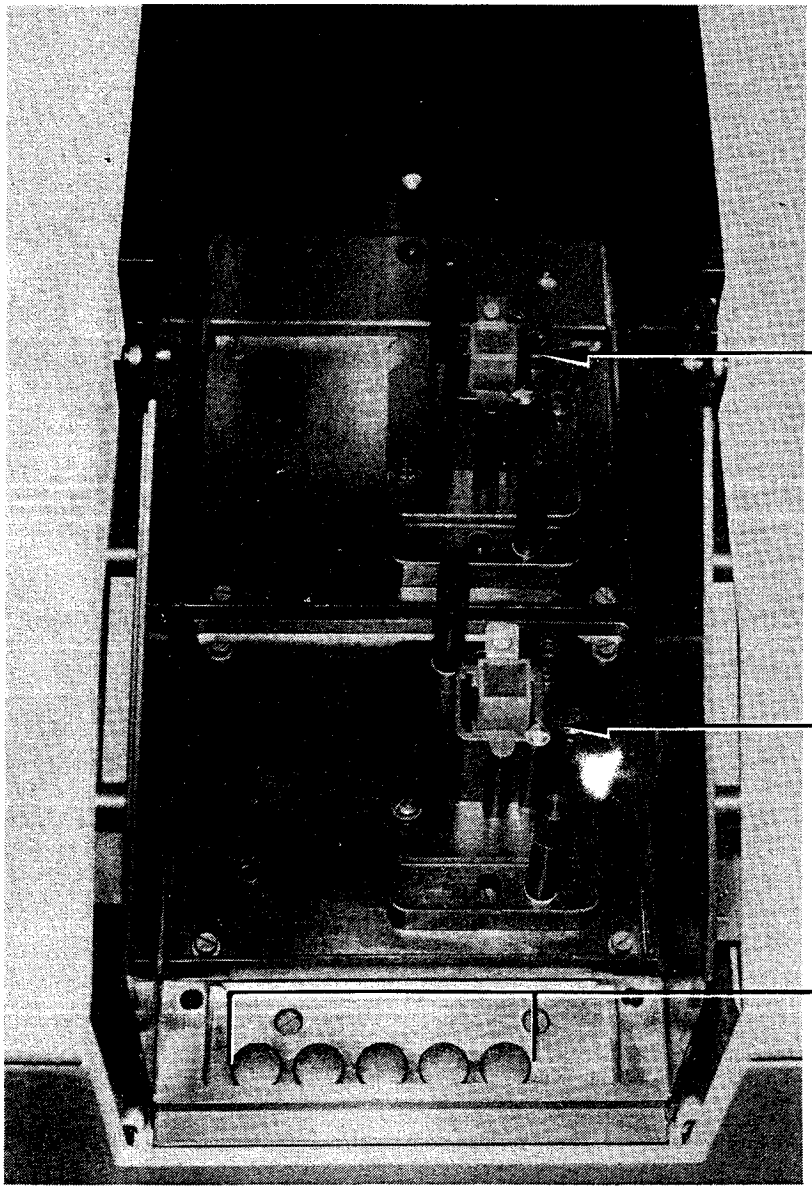


Bild 1-5. Probenraum, geöffnet

Der Probenraum ist großzügig dimensioniert, von vorn und oben leicht zugänglich und mit Quarzfenstern von der Optik abgetrennt.
Es können Küvettenhalter für Küvetten mit bis zu 100 mm Schichtdicke eingebaut werden.
Der Abstand zwischen Meß- und Referenzstrahl beträgt 100 mm.
In den Probenraum können alle wahlweisen Zubehöre (s. Kapitel 9) problemlos eingebaut werden.

2. INSTALLATION

2.1. STANDORTWAHL

Um maximale Lebensdauer und minimalen Wartungsaufwand zu gewährleisten, sollte das Spektrometer an einem Ort installiert und betrieben werden
- der frei von Staub, Rauch und korrosiver Atmosphäre ist;
- an dem das Spektrometer keiner direkten Sonneneinstrahlung ausgesetzt ist.

Das Spektrometer wiegt ca. 500 N (50 kg).
Der Platzbedarf für das Spektrometer beträgt 1200 mm Breite und 800 mm Tiefe. Der Drucker benötigt ca. 450 mm in der Breite. Der gesamte Platzbedarf beträgt somit ca. 1650 mm Länge und 800 mm Tiefe.

Zusätzlicher Platz für weiteres Zubehör und guter Zugang zu den Verbindungskabeln sollte gegeben sein.
Der Arbeitsbereich soll sauber und trocken sein.
Netzanschlüsse sollten sich in der Nähe befinden.

Der elektrische Anschluß muß an einer Schutzkontakt(Schuko)-Steckdose vorgenommen werden.

*** Beachten Sie bitte die elektrischen Anschlußwerte.**

2.2. LIEFERUMFANG*

Anzahl	Bezeichnung	Bestell-Nr.
1	UV/VIS-Spektrometer Lambda 15 oder Lambda 17, bestehend aus: Spektrometereinheit Rechnereinheit Bildschirmeinheit diverse Verbindungskabel	
1	Drucker EX-800 mit serieller Schnittstelle (wahlweises Zubehör; wird nicht mit allen Spektrometerversionen geliefert)	B016-8281
1	Datenübertragungskabel Spektrometer/Drucker	B015-7800
1	Netzkabel für 200 bis 240 V	B012-7440
2	Standardküvettenhalter	B008-2185
1	Schraubendreher	B012-6972
1	Staubschutz-Abdecktuch	B012-7401
1	Gerätehandbuch	B2124

*) Änderungen vorbehalten

2.3. AUSPACKEN UND AUFSTELLUNG

Nach der Anlieferung sollte das Spektrometer und das mitgelieferte Zubehör sofort ausgepackt werden, um eventuelle Transportschäden festzustellen. Benachrichtigen Sie ggf. das für Sie zuständige Perkin-Elmer Büro und den Spediteur.

Nach dem Auspacken sollten folgende Überprüfungen vorgenommen werden:

- Überprüfen Sie das Spektrometer sowie auch Sicherungshalter, Stecker, Schalter usw. auf äußerlich sichtbare Beschädigungen.

- Ist der Probenraumdeckel leicht zu öffnen?

- Ist der Probenraum frei von Staub? Liegen Gegenstände darin?
  Diese ggf. entfernen.
  Probenraumdeckel schließen.

- Die komplette Abdeckung des Photometerteils öffnen und prüfen, ob die Lampen beschädigt sind und keine losen Teile im Gerät liegen.

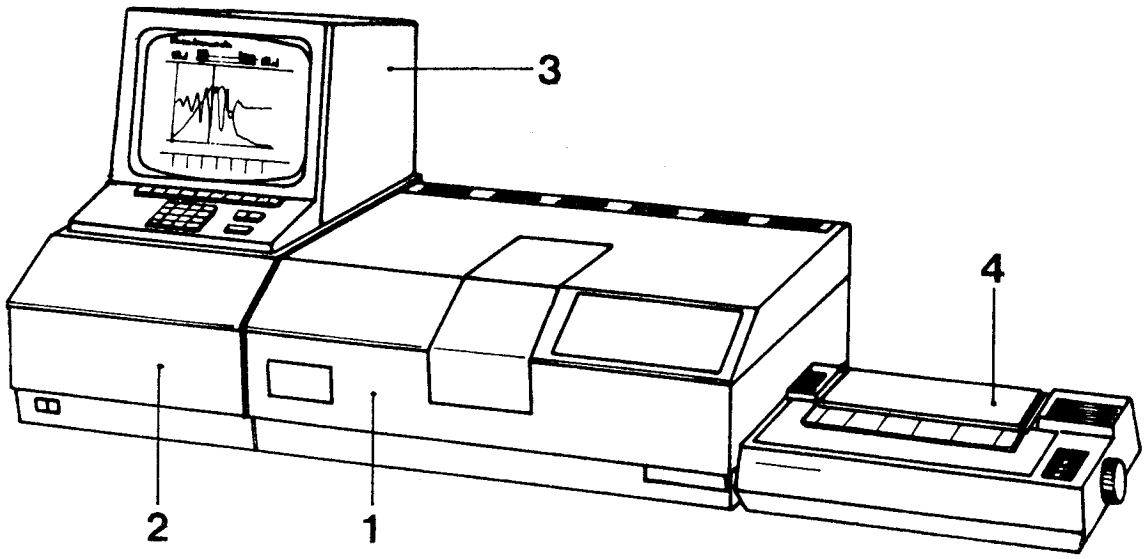
  Zum Öffnen der Photometerteilabdeckung die beiden Schrauben an den Seiten des Geräts ausschrauben und das Gehäuseoberteil nach hinten aufklappen.
  Nach der Überprüfung das Gehäuseoberteil wieder zurückklappen und festschrauben.

Das Spektrometer sollte bevorzugt durch den Perkin-Elmer Kundendienst installiert und die Erst-Inbetriebnahme durchgeführt werden.

ACHTUNG: Das Spektrometer und evtl. vorgesehene Zubehöre erst an das Stromnetz anschließen, wenn in der Installationsanleitung ausdrücklich dazu aufgefordert wird.

Das Spektrometer sollte vor direkter Sonneneinstrahlung und starkem künstlichem Licht geschützt aufgestellt werden.
Empfohlen wird die Beleuchtung des Arbeitsplatzes durch indirektes diffuses Licht.
Die Lüftungsschlitze des Spektrometers müssen frei gehalten werden und eine ausreichende Luftzirkulation sichergestellt sein.

2.4. EMPFOHLENE GERÄTEANORDNUNG



1 Spektrometereinheit

2 Rechnereinheit

3 Bildschirmeinheit (VDU)

4 Drucker
(wahlweises Zubehör;
Bestandteil einiger Geräte-
versionen)

Bild 2-1. Einheiten des Spektrometers

Die Rechnereinheit kann sowohl rechts als auch links vom Spektrometerteil aufgestellt werden.
Der Bildschirm ist zur Plazierung auf der Rechnereinheit vorgesehen.

Der Drucker kann wahlweise rechts oder links neben dem Spektrometer aufgestellt werden.

2.5. ELEKTRISCHER ANSCHLUSS

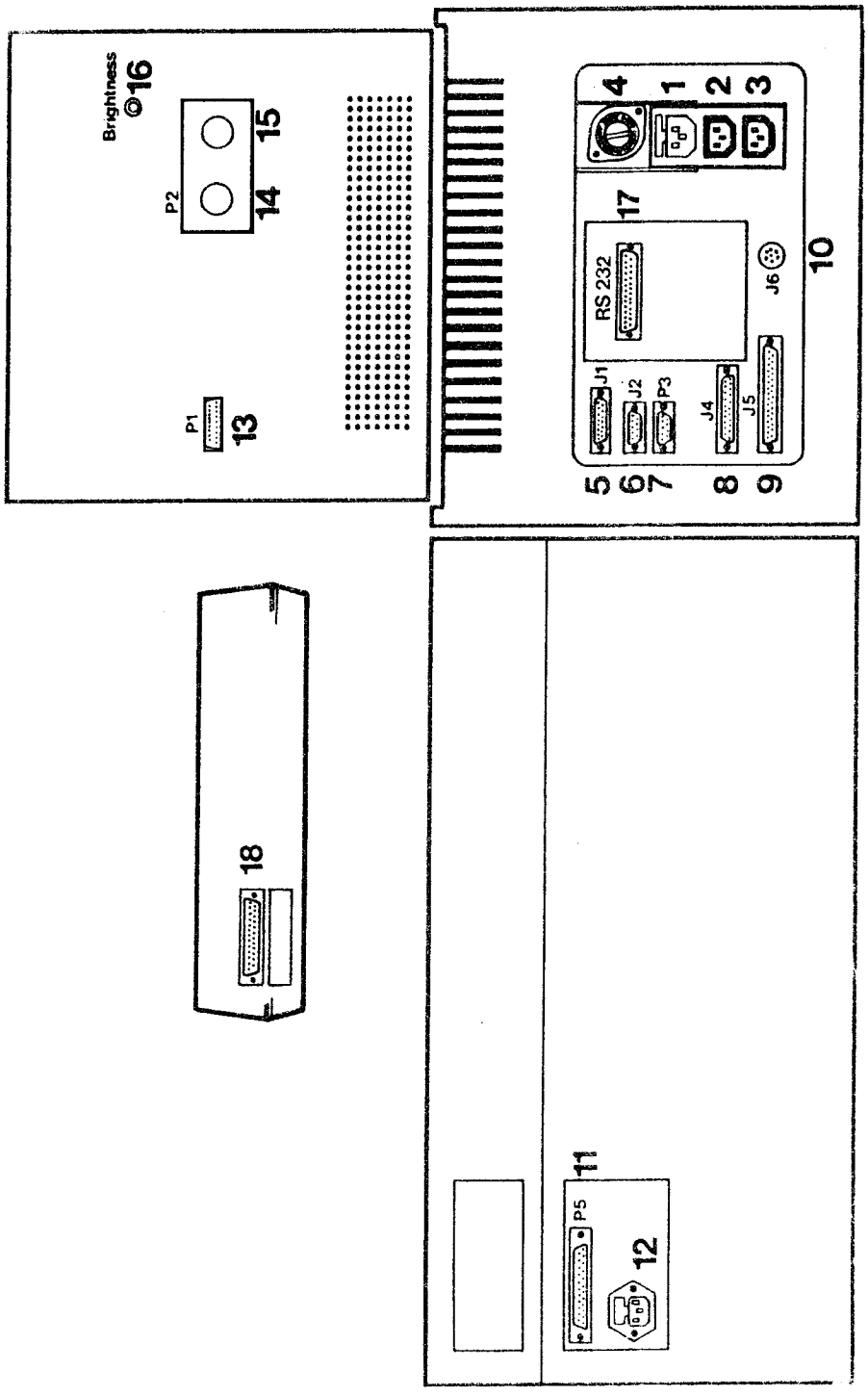


Bild 2-2. Rückansicht des Spektrometers mit Anschlüssen

Anschlüsse und Betriebselemente an der Spektrometerrückseite (s. Bild 2-2)

Position	Bezeichnung	Funktion
1		Netzanschluß und Sicherungshalter.
2		Ausgang für die Stromversorgung des Bildschirm-moduls, 220 V.
3		Ausgang für die Stromversorgung des Photometer-moduls, 220 V.
4		Spannungswähler. Zum Umstellen auf eine evtl. lokal abweichende Netzspannung.
5	J1	Anschluß für Tastaturkabel vom Bildschirm (B012-0048).
6	J2	Anschluß für Kabel P2 vom Bildschirm.
7	P3	Anschluß für Kabel von UV-Datenstation (externer Monitor; wahlweises Zubehör)
8	J4	Anschluß für Datenübertragungskabel zum Drucker (B015-7800).
9	J5	Anschluß für Kabel zur Spektrometereinheit (B013-4948)
11	P5	Anschluß für Kabel von der Rechnereinheit (B013-4948).
12		Netzanschluß und Sicherungshalter. Für Stromversorgungskabel B011-9831 vom Ausgang der Rechnereinheit, 220 V.
13	P1	Anschluß für Tastaturkabel zur Rechnereinheit (B012-0048)
14	P2	Anschluß für Verbindungskabel zum Anschluß J2 an der Rechnereinheit.
15		Netzanschluß, 220 V, für die Stromversorgung der Bildschirmeinheit von der Rechnereinheit.
16	Brightness	Drehknopf zur Einstellung der Bildschirmhelligkeit.
17	RS-232	RS-232C-Schnittstelle (wahlweises Zubehör) zum Anschluß des Spektrometers an einen RS-232C-kompatiblen Rechner.
18		Serielle Schnittstelle des Druckers (wahlweises Zubehör). Anschluß für Kabel B015-7800 von der Rechnereinheit.

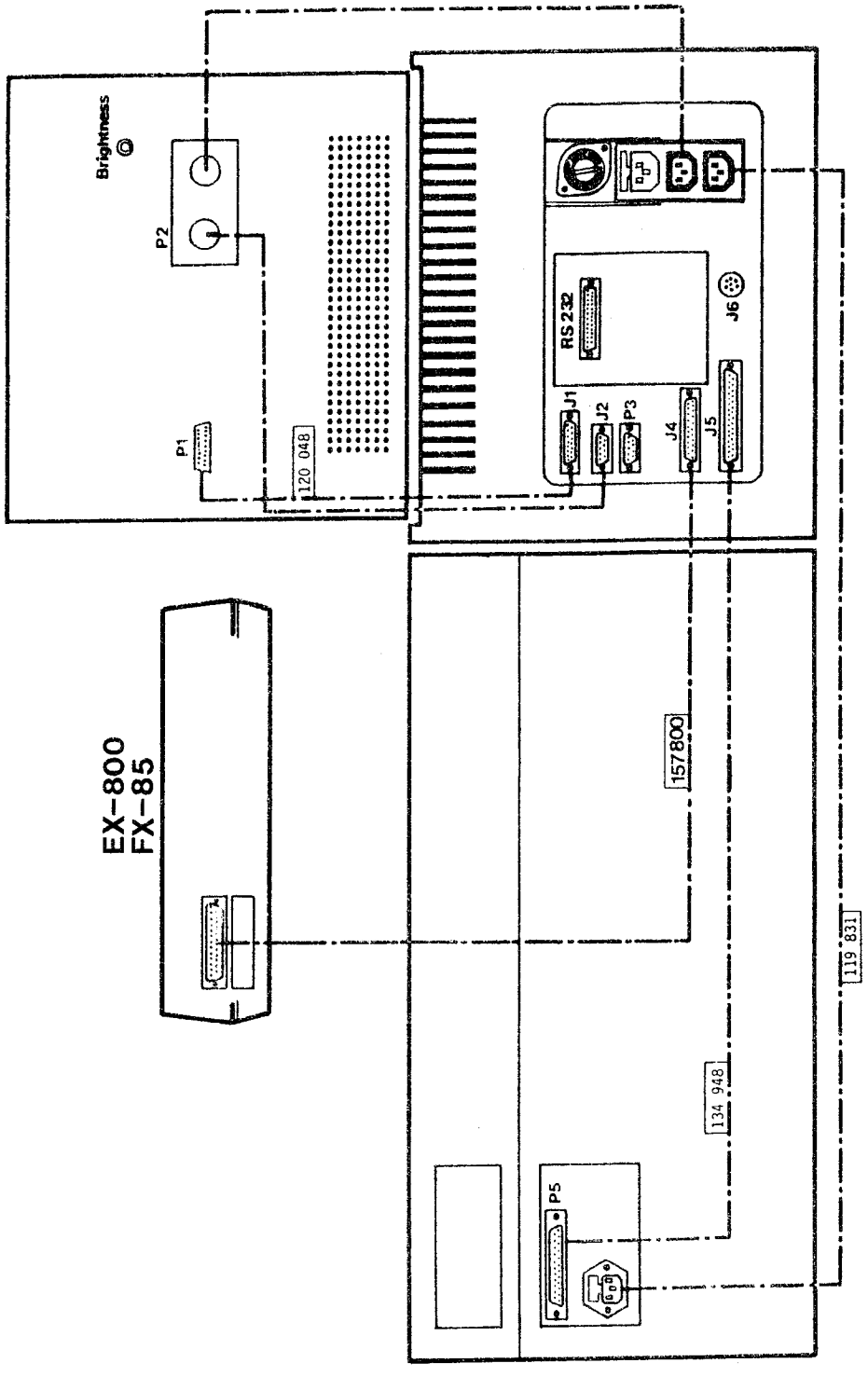


Bild 2-3. Elektrische Verbindungen zwischen den Spektrometereinheiten, und dem Drucker (wahlweises Zubehör), schematisch

(B2124-A3)

1) Die verschiedenen Einheiten (Rechner, Bildschirm, Spektrometer und Drucker) miteinander verkabeln wie im Bild 2-3 dargestellt.
Bitte verwenden Sie dazu nur die mitgelieferten Verbindungs- und Stromversorgungskabel.

2) Den Spannungswähler in der Rückseite der Rechnereinheit (Bild 2-2, Pos. 4) auf die lokale Netzspannung einstellen.
Hierzu muß das Spektrometer ausgeschaltet (Netzschalter auf OFF) und das Netzkabel gezogen sein.
Das Spektrometer ist normalerweise auf 220 V eingestellt.

3) Überprüfen, ob die korrekte Sicherung in den Sicherungshalter (Bild 2-2, Pos. 1) eingesetzt ist.
Die korrekte Sicherung für die jeweils eingestellte Spannung ist:

100...120 V - 6,3 A, träge
200...240 V - 4,0 A, träge

4) Sicherstellen, daß der Netzschalter (an der Vorderseite der Rechnereinheit) auf OFF steht und das Spektrometer mit dem mitgelieferten Netzkabel an das Stomnetz anschließen.
Der Netzanschluß befindet sich in der Rückseite der Rechnereinheit (Bild 2-2, Pos. 1).

Falls das mitgelieferte Netzkabel nicht an der Steckdose des lokalen Netzes angeschlossen werden kann, den Netzstecker entsprechend den gesetzlichen Vorschriften gegen einen passenden auswechseln.
Verwendeter Farbcode:

braun - Phase
blau - Nulleiter
grün-gelb - Schutzleiter

WARNUNG: Die Stromversorgung der Bildschirm- und der Spektrometereinheit darf nur von den 220-V-Ausgängen der Rechnereinheit aus erfolgen.
Der direkte Anschluß dieser Einheiten an das Stromnetz kann zur PERSONENGEFÄHRDUNG führen und die BESCHÄDIGUNG der EINHEITEN zur Folge haben.

WICHTIG: Bei der Installation und vor der Inbetriebnahme muß das Spektrometer intern auf die lokale Netzfrequenz von 50 oder 60 Hz eingestellt werden.
Dies sollte vom Perkin-Elmer Kundendienst überprüft und ggf. eingestellt werden.

5) Am Drucker die Einstellungen der DIP-Schalter auf der Druckerleiterplatte und auf der Leiterplatte für die serielle Schnittstelle überprüfen und ggf. korrigieren (s. Abschnitt 2.6).

6) Den Drucker an das Stromnetz anschließen wie im zugehörigen Handbuch beschrieben.

2.6. INSTALLATION UND VORBEREITUNG DES DRUCKERS

2.6.1. ALLGEMEINES

Für die programmierten oder bedarfsweisen alphanumerischen und graphischen Ausdrucke der Spektrometer Lambda 15/17 ist der Drucker EX-800 oder FX-85 der Fa. Epson vorgesehen.
Die Betriebssoftware der Spektrometer und das Datenübertragungskabel sind spezifisch auf diese Drucker ausgelegt.

Der EX-800 muß mit der seriellen Schnittstelle der Epson-Bestell-Nr. 8148 ausgestattet sein.
Bei Bestellung des EX-800 von Perkin-Elmer mit der Bestell-Nr. B016-8281 ist diese serielle Schnittstelle in den Drucker schon eingebaut.
Der FX-85 muß mit einer seriellen Schnittstelle der Epson Bestell-Nr. 8148 oder 8143 ausgestattet sein.
Bei Bestellung des FX-85 von Perkin-Elmer mit der Bestell-Nr. B015-6278 ist die serielle Schnittstelle 8148 in den Drucker schon eingebaut.

Zum Anschluß und Betrieb ebenfalls geeignet ist der Epson Drucker FX-80+, wenn er mit der seriellen Schnittstelle 8143 oder 8148 ausgestattet ist.

Um den ordungsgemäßen Betrieb des Druckers in Verbindung mit dem Lambda 15/17 zu gewährleisten, müssen die DIP(Dual In-Line Package)-Schalter SW1 und SW2 auf der Druckerleiterplatte und die DIP-Schalter SW1 und SW2 auf der Schnittstellenleiterplatte eingestellt sein wie im Abschnitt 2.6.3 beschrieben.

Das Einsetzen der Farbbandkassette und das Einlegen des Endlos-Druckerpapiers sind im Bedienungshandbuch zum Drucker detailliert beschrieben.

WICHTIG: Vor dem Erzeugen eines Ausdrucks muß der Seitenanfang des Druckerpapiers korrekt eingestellt werden (s. Abschnitt 2.6.2), um sicherzustellen, daß beim Ausdruck die Perforationslinie des Endlos-Papiers berücksichtigt wird.

2.6.2. EINSTELLEN DES DRUCKERPAPIER-SEITENANFANGS

Die Länge der Ausdrucke und der korrekte Sprung über die Perforationslinie des Endlospapiers zur ersten Zeile der nächsten Druckerseite wird über die Software des Spektrometers gesteuert.
Um korrekte Ausdrucke zu erhalten, muß nach dem Einschalten von Drucker und Spektrometer und vor dem Betrieb der Seitenanfang des Druckerpapiers eingestellt werden.

ANMERKUNG: Die programmierte Seitenautomatik ist auf 12 Zoll Seitenlänge zugeschnitten.
Wird Druckerpapier anderer Seitenlänge verwendet, ist nicht gewährleistet, daß der Drucker die Perforationslinie korrekt berücksichtigt und überspringt.

1) Druckerpapier (Bestell-Nr. B011-3248) in den Drucker einlegen wie im zugehörigen Bedienerhandbuch beschrieben.

2) Druckerpapier mit dem Handrad so ausrichten, daß sich die Perforationslinie am metallenen Abreißlineal des Druckers befindet.

3) Drucker einschalten, sofern noch nicht geschehen,
bzw. Drucker auf ON LINE schalten.

4) Spektrometer einschalten, sofern noch nicht geschehen,
und Ende der Einschaltroutine abwarten
(in der STATUS-Zeile wird READY angezeigt).

5) Am Spektrometer Taste CHART ▷ länger gedrückt halten.
Das Druckerpapier sollte um eine Seitenlänge weitertransportiert werden und danach die Perforationslinie wieder am Abreißlineal anliegen.

Nach dem Einstellen des Druckerpapiers sollte dieses nur über die Funktion CHART ▷ am Spektrometer vorwärts transportiert werden.
Nach Möglichkeit sollte das Handrad zum manuellen Papiertransport nicht benutzt werden (evtl. herausziehen und entfernen), weil nach einem manuellen Verschieben des Papiers der Drucker nicht mehr das korrekte Seitenende erkennen kann und daher beim Ausdruck die Perforationslinie nicht berücksichtigt.

ACHTUNG: Wenn der Drucker allein aus- und wieder eingeschaltet wird, geht die Seitenautomatik verloren.
Der Seitenanfang muß dann wieder korrekt eingestellt werden wie nachfolgend beschrieben.

Falls die Einstellung des Druckerpapiers versehentlich verändert wurde oder überprüft werden soll, vorgehen wie folgt:

1) Am Spektrometer Taste CHART ▷ länger gedrückt halten und dadurch einen Seitenvorschub auslösen.

2) Wenn danach die Perforationslinie nicht an dem metallenen Abreißlineal ausgerichtet ist,
das Papier durch Drehen des Handrads auf diese Position einstellen.
Der Seitenanfang ist damit wieder richtig eingestellt.

2.6.3. EINSTELLEN DER DIP-SCHALTER IM DRUCKER

ACHTUNG: Die elektronischen Bauteile des Druckers können durch statische Elektrizität beschädigt werden.
Entladen Sie vorher Ihren Körper durch Anfassen eines Heizungsrohrs, einer Wasserleitung o. ä.
Fassen Sie außer den DIP-Schaltern keine elektronischen Bauteile an.

WICHTIG: Berücksichtigen Sie bitte beim Einstellen der DIP-Schalter die entsprechenden Angaben im Bedienerhandbuch des Druckers.

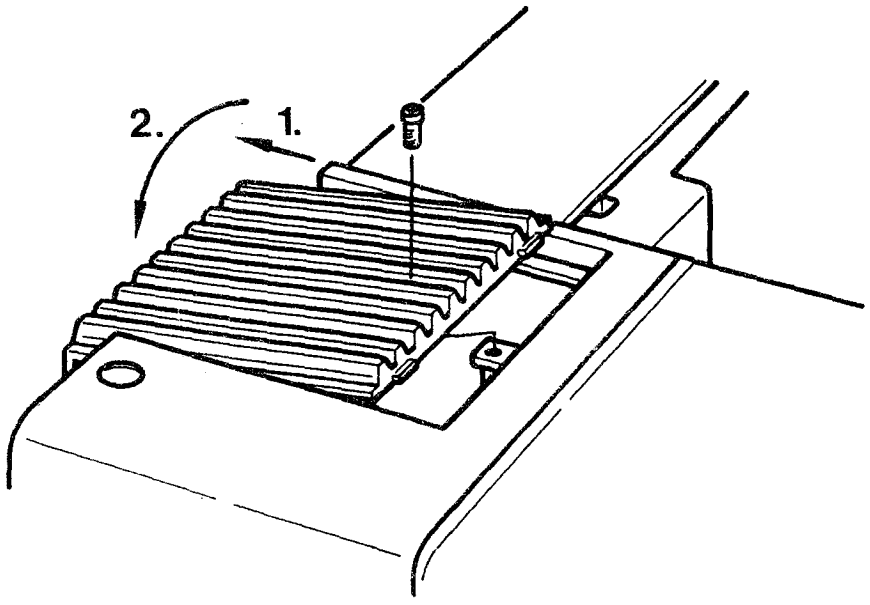


Bild 2-4. Entfernen der DIP-Schalterabdeckung des Druckers (nur FX-85)

1. Entfernen der DIP-Schalterabdeckung

EX-800: Die DIP-Schalter zur Steuerung der Druckerfunktionen befinden sich in der Rückseite des Druckers und sind direkt zugänglich.
Die DIP-Schalter zur Programmierung der Schnittstelle 8148 befinden sich auf der Leiterplatte dieser Schnittstelle im Innern des Druckers.
Die Anleitung zum Entfernen dieser Abdeckung, um Zugang zur Schnittstelle zu erhalten, finden Sie im Bedienerhandbuch des Druckers.

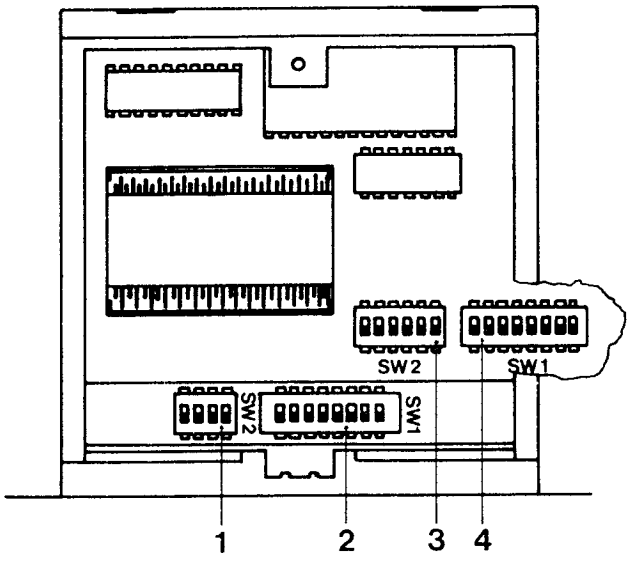
FX-85: Alle DIP-Schalter befinden sich im Inneren des Druckers.
Nach Entfernen der DIP-Schalterabdeckung (s. Bild 2-4) werden sie zugänglich.
Die Anleitung zum Entfernen dieser Abdeckung finden Sie im Bedienerhandbuch des Druckers.

2. Einstellungen der DIP-Schalter auf der Druckerleiterplatte des FX-85

Zum Anpassen des Druckers an das Spektrometer sollten die beiden DIP-Schalterreihen SW1 (8fach) und SW2 (4fach) auf der **Druckerleiterplatte** (s. Bild 2-5, 1 und 2) eingestellt sein wie folgt:

Schalter	Schalter-stellung	Bedeutung
SW1-1	OFF	Zeichendichte 10 Zeichen/Zoll*
SW1-2	OFF	Null ohne Schrägstrich
SW1-3	OFF	Papierendefühler in Funktion
SW1-4	ON	ESC/P-Steuercodes gültig
SW1-5	OFF	Normalschrift
SW1-6 SW1-7 SW1-8	ON ON ON	USA-Zeichensatz gültig
SW2-1	ON	On-line-/Off-line-Schalten des Druckers durch den Spektrometer-Rechner nicht möglich
SW2-2	OFF	Automatischer Einzelblatteinzug ausgeschaltet
SW2-3	OFF	Kein automatischer Seitenvorschub (FF) vom Drucker; FF wird vom Spektrometer-Rechner gesendet
SW2-4	OFF	Kein automatischer Zeilenvorschub (LF) vom Drucker; LF wird vom Spektrometer-Rechner gesendet

*) Wenn höhere Zeichendichte (17 Zeichen/Zoll) gewünscht wird, DIP-Schalter SW1-1 auf ON stellen.



1 SW2, Druckerleiterplatte*
2 SW1, Druckerleiterplatte*
3 SW2, Schnittstellen-leiterplatte**
4 SW1, Schnittstellen-leiterplatte**

*) unten
**) oben, Schnittstelle 8148

Bild 2-5. DIP-Schalter im Drucker FX-85

(B2124-A3)

3. Einstellungen der DIP-Schalter am Drucker EX-800

Die beiden DIP-Schalterreihen zur Steuerung der Druckerfunktionen befinden sich in der Rückseite des Druckers und sind direkt zugänglich.
Zum Anpassen des Druckers EX-800 an das Spektrometer sollten die beiden DIP-Schalterreihen SW1 und SW2 eingestellt sein wie folgt:

Schalter	Schalter-stellung	Bedeutung
SW1-1	DOWN	Normalschrift; Zeichendichte 10 Zeichen/Zoll*
SW1-2	DOWN	Null ohne Schrägstrich
SW1-3	DOWN	Schriftform
SW1-4	DOWN	ESC/P-Steuercodes gültig
SW1-5	DOWN	Normalschrift
SW1-6	UP	Deutscher Zeichensatz gültig
SW1-7	DOWN	
SW1-8	UP	
SW2-1	UP	Seitenlänge 12 Zoll vorgewählt
SW2-2	DOWN	Automatischer Einzelblatteinzug ausgeschaltet
SW2-3	DOWN	Kein automatischer Seitenvorschub (FF) vom Drucker; FF wird vom Spektrometer-Rechner gesendet
SW2-4	DOWN	Kein automatischer Zeilenvorschub (LF) vom Drucker; LF wird vom Spektrometer-Rechner gesendet
SW2-5	DOWN	Gültig für die standardmäßig im Drucker vorhandene serielle, nicht programmierbare Schnittstelle (6poliger Steckkontakt); diese wird in Verbindung mit dem Spektrometer nicht benutzt
SW2-6	DOWN	
SW2-7	DOWN	
SW2-8	DOWN	

*) Wenn höhere Zeichendichte (17 Zeichen/Zoll) gewünscht wird, DIP-Schalter SW1-1 auf UP stellen.

4. Einstellungen der DIP-Schalter auf der Schnittstellenleiterplatte

Die Rechnereinheit des Spektrometers liefert die Daten an den Drucker mit

9600 Bit/s
8 Bit/Wort
Kein Paritätsbit
1 Stop-Bit

Die Kontakte der Buchse J4 (Datenausgang zum Drucker in der Rückseite der Rechnereinheit) sind mit Handshake-Signalen belegt wie folgt:

Kontakt	Signal
1	Schutzerde
2	Sendedaten (TXD)
3	Empfangsdaten (RXD)
4	Sendeteil einschalten (RTS)
5	Sendebereitschaft (CTS)
6	Betriebsbereitschaft (DSR)
7	Betriebserde (Signal GND)
8	Empfangssignal (DCD)
15	Reset
20	DE-Einrichtung betriebsbereit (DTR)

WICHTIG: Schließen Sie den Drucker EX-800 oder FX-85 (oder FX-80+) nur über das Datenübertragungskabel B015-7800 (im Lieferumfang des Spektrometers!) an die Buchse J4 der Spektrometer-Rechnereinheit an. Nur bei Verwendung dieses Kabels ist der ordnungsgemäße Druckerbetrieb gewährleistet.

Die DIP-Schalterstellungen für die serielle Schnittstelle 8148 sind auf der nächsten Seite in der Tabelle **(A)** aufgelistet.

Falls ein Drucker FX-85 oder FX-80+ mit der seriellen Schnittstelle 8143 benutzt wird, finden Sie die erforderlichen DIP-Schalterstellungen auf der nächsten Seite in Tabelle **(B)**.

(A) DIP-Schalterstellungen auf Leiterplatte für serielle Schnittstelle;
Epson Bestell-Nr. 8148.
Erkennungsmerkmal: Zwei DIP-Schalterreihen - SW1 (8fach) und SW2 (6fach)
(s. Bild 2-5).

Schalter	Schalter-stellung	Bedeutung
SW1-1	OFF	Wortlänge 8 Bit
SW1-2	OFF	Keine Paritätskontrolle
SW1-3	OFF	Paritätskontrollmodus
SW1-4	ON	Flag Setzen
SW1-5	OFF	Datenübertragungsrate 9600 Bit/s
SW1-6	ON	
SW1-7	OFF	
SW1-8	OFF	
SW2-1	ON	Optionale serielle Schnittstelle gültig
SW2-2	ON	Zwischenpuffer aktiv
SW2-3	OFF	Flag-Rücksetzzeit
SW2-4	OFF	
SW2-5	OFF	Kein Selbsttest
SW2-6	OFF	Vorwahl Selbsttestmodus

(B) DIP-Schalterstellungen auf Leiterplatte für serielle Schnittstelle;
Epson Bestell-Nr. 8143.
Erkennungsmerkmal: Eine DIP-Schalterreihe SW1 (8fach)

Schalter	Schalter-stellung	Bedeutung
SW1-1	ON	Datenübertragungsrate
SW1-2	OFF	Wortlänge 8 Bit
SW1-3	OFF	Datenübertragungsrate, 9600 Bit/s
SW1-4	OFF	Datenübertragungsrate
SW1-5	OFF	Paritätskontrollmodus
SW1-6	OFF	Keine Paritätskontrolle
SW1-7	OFF	Datenübertragungsrate
SW1-8	ON	Optionale serielle Schnittstelle gültig

2.7. INSTALLATION DES STANDARDKÜVETTENHALTERS

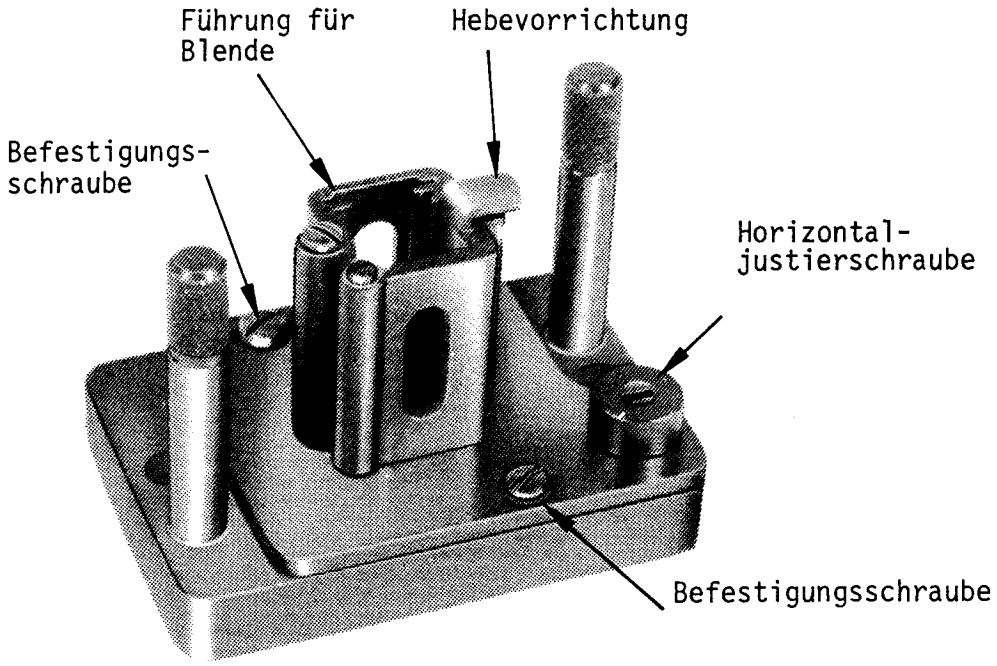


Bild 2-6. Standardküvettenhalter

2.7.1. ALLGEMEINES

Der Standardküvettenhalter (B008-2185) kann alle Rechteckküvetten von 12,5 mm x 12,5 mm aufnehmen.
Distanzstücke für geringere Schichtdicken (s. Tabelle 2-1) und Blenden für Mikroküvetten sind als wahlweises Zubehör erhältlich.
Der Küvettenhalter ist für den optimalen Strahlungsdurchgang vertikal und horizontal justierbar.
Eine integrierte Hebevorrichtung gestattet auch die Verwendung kürzerer Küvetten oder das Anheben nicht ganz gefüllter Küvetten.
Mit dem Spektrometer werden zwei Standardküvettenhalter geliefert.

2.7.2. EINBAU DES KÜVETTENHALTERS

1) Den Küvettenhalter so drehen, daß die Hebevorrichtung zur Rückwand des Probenraums zeigt (s. Bild 1-3).

2) Halter in die Führungsstifte auf der Basisplatte einsetzen.

3) Halter mit den beiden langen Rändelschrauben festschrauben.

2.7.3. STANDARDRECHTECKKÜVETTEN

In die Standardküvettenhalter können Rechteckküvetten bis zu einer Abmessung von 12,5 mm x 12,5 mm (10 mm optische Schichtdicke) eingesetzt werden. Horizontale Justage der Küvetten im Strahlengang ist nicht erforderlich.

Die Einfüllhöhe in der Küvette vom Boden bis zum Flüssigkeitsmeniskus sollte nicht geringer als 25 mm sein. Falls diese Einfüllhöhe nicht eingehalten werden kann, kann entweder die Küvette im Standardküvettenhalter mit der Vertikaljustierschraube angehoben werden oder man verwendet für die Lösung eine Mikroküvette.

Standardrechteckküvetten mit geringerer Schichtdicke als 10 mm können unter Verwendung entsprechender Distanzstücke ebenfalls in die Standardküvettenhalter eingesetzt werden.

Tabelle 2-1. Distanzstücke für Kurzwegküvetten

Schichtdicke der Küvette mm	**Distanzstück Bestell-Nr.**
1	B007-9413
2	B007-9414
5	B007-9145

3. BETRIEBSELEMENTE UND BILDSCHIRMSEITEN

3.1. ALLGEMEINES

Nach dem Einschalten des Spektrometers erscheint auf dem Bildschirm die 1. Bildschirmseite (Methodenseite) in Form eines Verzeichnisses. In der Methodenseite sind verschiedene Meßmethoden (Betriebsarten) aufgeführt. Meßmethoden, die nur in Verbindung bestimmter Zubehöre möglich sind, z. B. weitere Software oder automatische Probenaufgabesysteme, werden nur dann aufgeführt, wenn sie in das Spektrometer eingebaut (inplementiert) sind.

Durch Betätigen der Taste LINE (Zeile) wird der Zeilenmarker auf die gewünschte Meßmethode gesetzt und dadurch die betreffende Methode ausgewählt. Durch anschließendes Betätigen der Taste PAGE (Seite) wird die nächste Bildschirmseite, die Parameterseite der gewählten Meßmethode, auf den Bildschirm gerufen.

Diese 2. Seite enthält alle für die gewählte Methode erforderlichen Parameter sowie die Vorgabe-Parametereinstellungen.
Durch Betätigen der Taste LINE wird jeder Parameter nacheinander abgerufen, wobei die gewünschten Parameterwerte mit Hilfe der Soft Keys (die 8 unbeschrifteten Tasten unter dem Bildschirm) eingegeben werden können.

Durch nochmaliges Betätigen der Taste PAGE erscheint die 3. Seite (Ergebnisseite) auf dem Bildschirm.
Die Ergebnisse der Messungen können bei Bedarf durch Abrufen dieser Bildschirmseite angezeigt werden.

Durch weiteres Betätigen der Taste PAGE erscheint auf dem Bildschirm die Graphikseite. Auf dieser werden die aufgenommenen Meßsignale und Spektren in Echtzeit dargestellt.
Sobald die Messung beendet ist, kann der Inhalt der Graphikseite über den angeschlossenen Drucker aufgezeichnet werden.
Der Ausdruck kann bedarfsweise durch einfachen Tastendruck oder automatisch nach Beendigung der Messung erfolgen.
Auf der Graphikseite können beliebig viele Spektren übereinander dargestellt werden.
Weiterhin dient die Graphikseite zum Abrufen und Ausplotten gespeicherter Spektren und Meßdaten.

Durch weiteres Betätigen der Taste PAGE erscheint wieder die Methodenseite mit dem Menu auf dem Bildschirm.

Wenn das Spektrometer mit der wahlweisen RS-232C-Schnittstelle ausgestattet ist, steht eine zusätzliche Seite, die Datenstationseite, zur Verfügung. Diese Bildschirmseite wird als Seite 4 eingeordnet und die Graphikseite als Seite 5, wenn die Schnittstelle vorhanden ist.

Die Reihenfolge der verfügbaren Bildschirmseiten wird durch Betätigen der Taste PAGE immer durchlaufen wie folgt:

1. Seite - Methodenseite
2. Seite - Parmeterseite
3. Seite - Ergebnisseite
4. Seite - Graphikseite bzw. Datenstationseite
5. Seite - Graphikseite, wenn zuvor Datenstationseite

nächste Seite - wieder Methodenseite; Anfang eines neuen Zyklus

3.2. FUNKTIONSTASTEN

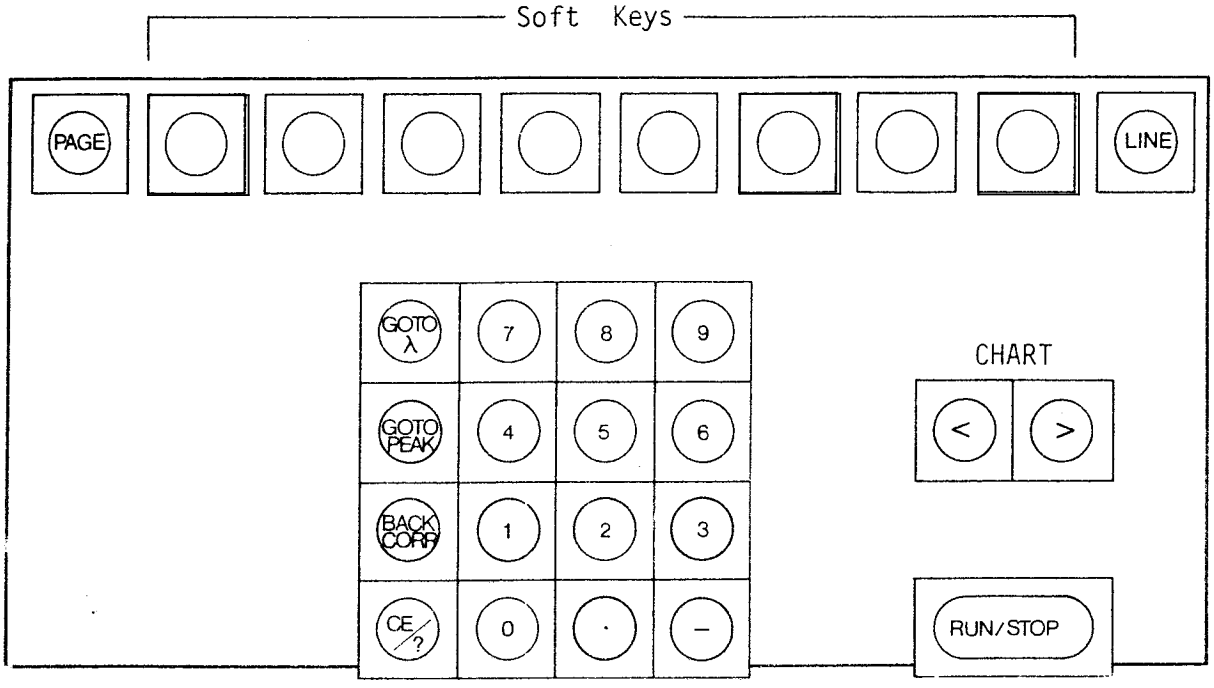
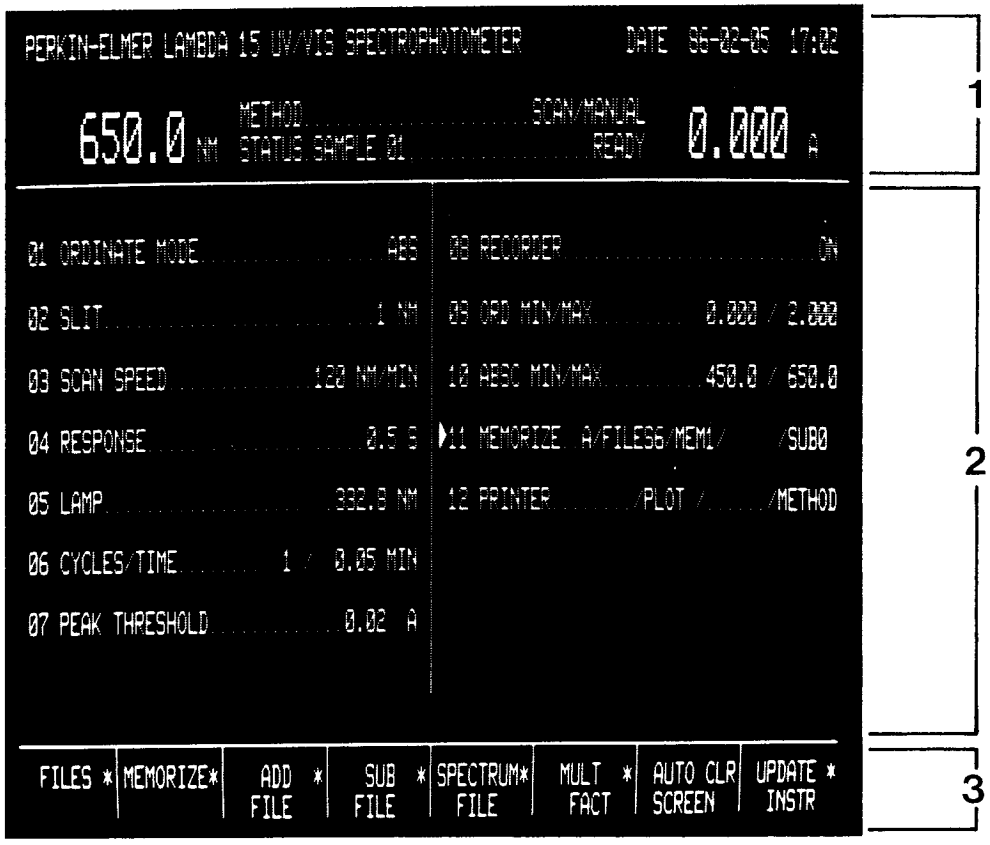


Bild 3-1. Bedienungsfeld für Gerätefunktionen

Taste	Funktion
POWER	Kippschalter mit Kontrollampe zum Ein-/Ausschalten des Spektrometers. Befindet sich an der Vorderseite der Rechnereinheit. Die Kontrollampe im Schalter leuchtet, wenn das Spektrometer eingeschaltet und mit Netzstrom versorgt wird. Nach dem Einschalten läuft automatisch eine Selbst-Diagnose-Routine und eine Wellenlängenkalibrierung ab (s. Abschnitt 1.5).
LINE	Taste zum Setzen des Zeilenmarkers. Nach jedem Betätigen der Taste LINE springt der Zeilenmarker jeweils um eine Zeile vorwärts. Im Betriebstatus READY (STATUS-Zeile zeigt READY) kann der Zeilenmarker direkt auf eine bestimmte Zeile gesetzt werden, indem die Nummer der gewünschten Zeile über das numerische Tastenfeld eingetippt und anschließend Taste LINE gedrückt wird.
PAGE	Taste zum Wechseln der Bildschirmseite. Diese Taste ist immer funktional, auch wenn das Spektrometer mit dem Ausführen einer Funktion beschäftigt ist (wird in der STATUS-Zeile durch die Anzeige BUSY gemeldet). Hierdurch wird erreicht, daß zu jeder Zeit jede benötigte Seite abrufbar ist. Eine gleichzeitig ablaufende Methode wird dadurch nicht unterbrochen. Im Betriebstatus READY (STATUS-Zeile zeigt READY) kann eine bestimmte Bildschirmseite direkt aufgerufen werden, indem die Nummer der gewünschten Seite (s. Abschnitt 3.1) über das numerische Tastenfeld eingetippt und anschließend Taste PAGE gedrückt wird.
Soft Keys	Tastengruppe zur Eingabe der Meßparameter. Ihre Funktionen sind von der angezeigten Bildschirmseite und der Position des Zeilenmarkers auf der Parameterseite abhängig. Sie werden zusammen mit den Bildschirmseiten in den betreffenden Abschnitten beschrieben.
GO TO λ	Durch Drücken der Taste GO TO λ fährt der Monochromator auf die zuletzt eingegebene Wellenlänge. Mit der numerischen Eingabe 0, gefolgt vom Drücken der Taste GO TO λ erhält man polychromatisches Licht (nullte Ordnung).
GO TO PEAK	Taste zum automatischen Suchen eines Peakmaximums. Wird eine Wellenlänge vorgegeben und Taste GO TO PEAK betätigt, fährt der Monochromator auf diese Wellenlänge und das Spektrometer sucht in einem Wellenlängenbereich ("Suchfenster"), der der 4fachen eingestellten spektralen Spaltbreite entspricht, das Peakmaximum.

Taste	Funktion
BACK CORR	Taste für Basislinienkorrektur/Nulleinstellung. Soll bei einer festen Wellenlänge das Spektrometer auf 100 %T, 0 Extinktion oder 0 Konzentration eingestellt werden, muß diese Taste 2mal hintereinander betätigt werden. Soll über einen bestimmten Wellenlängenbereich (Eingabe bei ABSC MIN/MAX; s. Abschnitt 3.5.2) eine Basislinienkorrektur gefahren werden, muß sofort nach dem Drücken der Taste BACK CORR die Taste RUN/STOP gedrückt werden. Solange die Basislinienkorrektur abläuft, blinkt in der STATUS-Zeile die Anzeige BC.
CE/?	Taste zum Löschen eingegebener Daten (Clear Entry). Eine falsche numerische Eingabe kann durch Drücken dieser Taste aus der Eingabezeile gelöscht werden. Wenn eine numerische Eingabe gemacht wird, die außerhalb des erlaubten Eingabebereichs liegt, erscheint die Anzeige OUT OF RANGE, PLEASE PRESS CE/? Drücken der Taste CE/? löscht diese Eingabe und Anzeige. Der erlaubte numerische Eingabebereich für Parameterwerte kann auf die Soft-Key-Beschriftungsfelder gerufen werden, indem die Taste CE/? gedrückt festgehalten wird. Nach dem Loslassen werden wieder die Parameter angezeigt.
CHART ▷ ◁	Durch kurzes Betätigen der Taste ▷ wird das Papier des angeschlossenen Druckers schrittweise vorwärts transportiert. Wenn die Taste ▷ länger gedrückt wird, wird das Druckerpapier um eine Seite vorwärts transportiert. Durch Drücken der Taste ◁ wird das Druckerpapier auf die Druckposition zurückgefahren. Diese Position ist normalerweise nicht sichtbar, weil sie von dem Abreißlineal verdeckt wird. Nach jedem Ausdruck wird das Papier soweit vortransportiert, daß der gesamte Ausdruck unverdeckt zu sehen ist. Zu Beginn jedes weiteren Ausdrucks wird das Papier automatisch wieder auf die Druckposition zurückgesetzt (Platzersparnis).
RUN/STOP	Wenn in der STATUS-Zeile die Meldung READY angezeigt wird, kann durch Drücken dieser Taste die programmierte Messung gestartet werden. Wenn in der STATUS-Zeile die Meldung BUSY angezeigt wird, wird durch Drücken dieser Taste der gegenwärtig ablaufende Vorgang unterbrochen. HINWEIS: In der weiteren Betriebsanleitung wird diese Taste mit RUN bezeichnet, wenn ein Vorgang gestartet werden soll, und mit STOP bezeichnet, wenn ein Vorgang unterbrochen oder beendet werden soll.

3.3. BILDSCHIRMANZEIGEN



1 Status-Anzeigen

2 Bildschirmseiten-Anzeigebereich

3 Soft-Key-Funktionen-Anzeigebereich

Bild 3-2. Bildschirmanzeigen

Die Bildschirmanzeigen umfassen drei Bereiche, die im Folgenden ausführlich beschrieben werden.

3.3.1. Status-Anzeigen

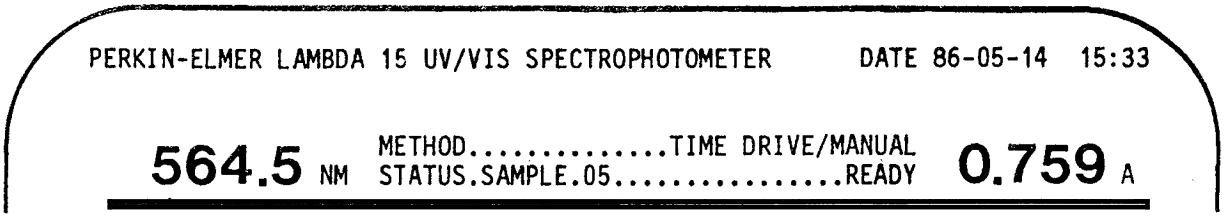


Bild 3-3. Status-Anzeigen

Der Status-Anzeigebereich bleibt in jedem Betriebszustand auf dem Bildschirm und gibt die wichtigsten Status-Informationen wieder.
Dies sind:
- Datum und Uhrzeit,
- gewählte Meßmethode,
- Abszissenwert in Nanometer,
- Ordinatenwert mit aktueller Dimension.

Während einer ablaufenden Meßmethode blinkt die Anzeige BUSY auf der STATUS-Zeile.
Ist der Vorgang beendet, wechselt die Anzeige auf READY.

Wenn der Status READY angezeigt wird, sind die Funktionstasten und Soft Keys wieder aktiv.
Parameterwerte können dann eingegeben oder geändert werden.
Wenn der Status BUSY angezeigt wird, sind die meisten Tasten ohne Funktion.

3.3.2. Bildschirmseiten-Anzeigebereich

Die mit Taste PAGE gewählte Bildschirmseite (Methoden-, Parameter-, Resultate- oder Graphikseite) wird in diesem Teil des Bildschirms angezeigt.
Diese Seiten sind in den folgenden Abschnitten beschrieben.

3.3.3. Soft-Key-Funktionen-Anzeigebereich

Die Anzeige der Soft-Key-Funktionen wechselt mit jeder gewählten Methoden- oder Parameterzeile, so daß die Funktion jeder Soft Key auf die vorgewählte Methoden- oder Parameterzeile abgestimmt ist.

Soft Keys, die mit einem Stern (*) in der Funktionsanzeige markiert sind, bedürfen zur Aktivierung der betreffenden Funktion einer vorhergehenden numerischen Eingabe über das numerische Tastenfeld (z. B. Datum und Uhrzeit, Ordinatenminimum und -maximum, K-Faktor in Meßmethode Konzentration).

Die Funktionen der Soft Keys sind in den Abschnitten über die verschiedenen Bildschirmseiten beschrieben.

3.4. METHODENSEITE

Eine Methode besteht aus einer Meßmethode und einem Probenzuführungsmodus. Die zur Verfügung stehenden Meßmethoden und Probenzuführungsarten sind auf der Methodenseite wiedergegeben.

3.4.1. MESSMETHODEN

Die zur Verfügung stehenden Meßmethoden sind auf der Methodenseite aufgelistet. Durch Betätigen der Taste LINE wird der Zeilenmarker auf die gewünschte Meßmethode gesetzt.

Folgende Meßmethoden stehen zur Wahl:

1. Meßmethode TIME DRIVE

   Diese Meßmethode ermöglicht Messungen in Extinktion, Konzentration oder % Durchlässigkeit bei konstanter Wellenlänge.
   Von einer Probe kann die Änderung der Meßsignale über die Zeit kontinuierlich aufgenommen werden oder es können nacheinander mehrere Messungen hintereinander in vorwählbaren Zeitabständen durchgeführt werden.
   Die Meßsignale werden als Funktion der Zeit auf der Graphikseite dargestellt und können über den angeschlossenen Drucker ausgedruckt werden.

2. Meßmethode SCAN

   Diese Meßmethode ermöglicht Messungen bei sich ändernder Wellenlänge.
   Mögliche Meßdatenausgaben: % Durchlässigkeit, Extinktion oder 1. bis 4. Ableitung des Extinktionsspektrums.
   Weiterhin ist das wiederholte Registrieren über denselben Spektralbereich möglich, wobei die Zykluszeit vorgewählt werden kann.
   Die Spektren können auf dem Bildschirm einzeln oder übereinander dargestellte werden und nach beendeter Messung automatisch oder bedarfsweise ausgedruckt werden.

3. Meßmethode WAV PROG (wahlweises Zubehör)

   Dies Meßmethode ermöglicht Messungen in % Durchlässigkeit oder Extinktion bei bis zu 6 verschiedenen Wellenlängen, die nacheinander automatisch eingestellt werden.
   Wiederholte Messungen mit vorwählbarer Zykluszeit können ebenfalls vorgegeben werden.

4. Meßmethode ENZYME (wahlweises Zubehör)

Diese Meßmethode ermöglicht enzymkinetische Extinktionsmessungen bei konstanter Wellenlänge zur Bestimmung der Enzymaktivität (Enzymkonzentration) in internationalen Einheiten (IU).
Die Wartezeit vom Start der Reaktion bis zur Meßdatenaufnahme kann vorgewählt werden.
Die Geschwindigkeit der Extinktionsänderung wird aus mehreren Einzelmessungen gemittelt und aus dem Mittelwert über einen eingegebenen Faktor die Enzymaktivität automatisch errechnet.
Der Verlauf der Reaktion wird auf der Graphikseite dargestellt und kann nach beendeter Messung ausgedruckt werden.

5. Meßmethode SUBSTRATE (wahlweises Zubehör)

Diese Meßmethode ermöglicht enzymkinetische Extinktionsmessungen bei konstanter Wellenlänge zur Bestimmung der Konzentration eines Substrats.
Bei der Auswertung wird der Extinktionsanteil bestimmt, der von Schleichreaktionen hevorgerufen wird.
Die über die Reaktionszeit gemessene Extinktionsänderung wird um den Anteil der Schleichreaktion automatisch korrigiert.
Der Verlauf der Reaktion wird auf der Graphikseite dargestellt und kann nach beendeter Messung ausgedruckt werden.

3.4.2. MÖGLICHKEITEN DER PROBENZUFÜHRUNG

Die gewählte Art der Probenzuführung wird in der STATUS-Zeile angezeigt, wenn das dafür erforderliche Zubehör auch angeschlossen ist.
Es wird zwischen zwei grundsätzlichen Probenzuführungsarten unterschieden:

1. Manuelle Probenzuführung (MANUAL SAMPLING)

Hierbei wechselt der Anwender die Proben selbst, z. B. durch Wechseln der Probenküvette, Betätigen des manuellen Küvettenwechslers usw.

2. Automatische Probenzuführung

Hierbei werden die Proben durch ein automatisch arbeitendes Probenzuführungszubehör, z. B. ein Probenautomat, gewechselt.
Automatische Probenzuführungssysteme werden in der Statusanzeige angegeben, sofern sie an das Spektrometer angeschlossen sind.

3.4.3. SOFT KEYS DER METHODENSEITE

Ergänzend wird in der Soft-Key-Anzeige durch PRINT METHOD angezeigt, daß ein Drucker angeschlossen ist.
Durch Drücken dieser Soft Key werden die gegenwärtig gültigen Parameterwerte der Meßmethode ausgedruckt, auf die der Zeilenmarker gesetzt ist.

Die Anzeige SAVE METHOD erscheint, wenn der Safe-Method-Zusatz (wahlweises Zubehör) zum Langzeit-Abspeichern von Methoden eingebaut ist.

Die mit DEFAULT METHOD bezeichnete Soft Key erlaubt das Wiedereinstellen der Vorgabe(Default)werte der gewählten Meßmethode.

Einige (jedoch nicht alle) mögliche Soft-Key-Kombinationen, die sich bei eingebautem wahlweisen Zubhör zusätzlich ergeben, sind in Tabelle 3-1 zusammengestellt.

Tabelle 3-1. Einige Soft-Key-Kombinationen bei eingebautem Zubehör

Soft Keys								Anmerkungen
						DEFAULT METHOD		Kein Zubehör angeschlossen
					PRINT METHOD	DEFAULT METHOD		Drucker angeschlossen
MANUAL SIPPER	SIPPER					DEFAULT METHOD		Sipper installiert
MANUAL SIPPER	SIPPER				PRINT METHOD	DEFAULT METHOD		Drucker angeschlossen, Sipper installiert
MANUAL SIPPER	SIPPER					DEFAULT METHOD	SAVE METHOD	Sipper und Safe Memory installiert
MANUAL SIPPER	SIPPER	MULTI SAMPLING				DEFAULT METHOD		Sipper und Multi Sampler installiert
MANUAL SAMPLING			CELL PROG			DEFAULT METHOD		Cell Programmer installiert
MANUAL SAMPLING			CELL PROG		PRINT METHOD	DEFAULT METHOD	SAVE METHOD	Cell Programmer, Drucker und Safe Memory installiert

3.5. PARAMETERSEITE UND SOFT KEYS

Die für die gewählte Meßmethode erforderlichen Meßparameter sind auf der Parameterseite zugänglich.
Nach dem Einschalten des Spektrometers werden in den Parameterzeilen die Vorgabe(Default)werte angezeigt.

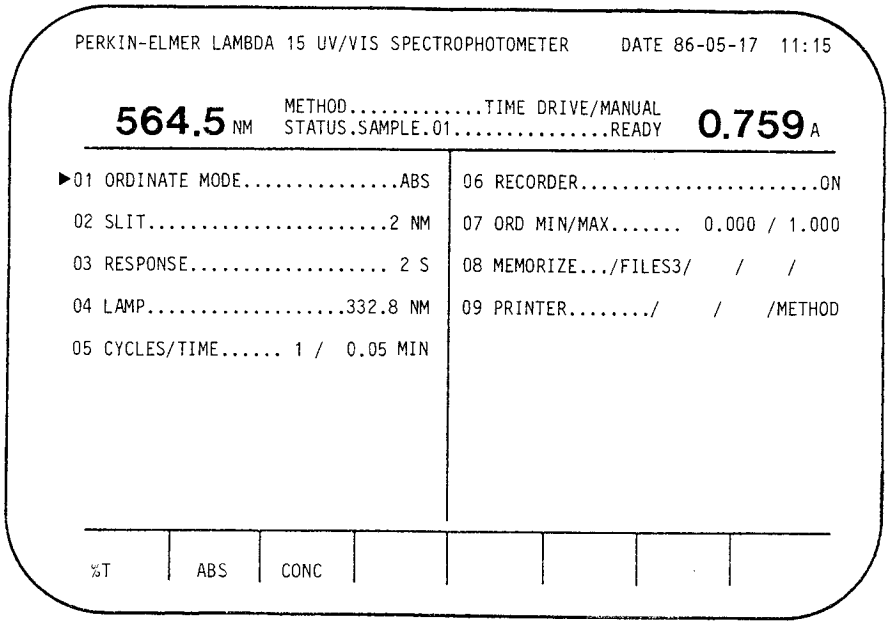
Der jeweils gewünschte Parameter und der ihm zugeordnete Soft-Key-Satz wird zugänglich, indem durch Betätigen der Taste LINE der Zeilenmarker auf den gewünschten Parameter gesetzt wird (vgl. Abschnitt 3.2).
Der gewünschte Wert für einen bestimmten Parameter wird durch Drücken der betreffenden Soft Key eingegeben.
Die gewählte Parametereingabe wird in die betreffende Parmeterzeile eingetragen.

Bei den mit einem Stern (*) markierten Soft Keys ist eine vorhergehende numerische Eingabe erforderlich, die vor dem Drücken der betreffenden Soft Key über das numerische Tastenfeld eingetippt werden muß.
Durch Betätigen der Taste CE/? können die erlaubten numerischen Eingabewerte abgefragt werden; sie erscheinen dann in den betreffenden Soft-Key-Anzeigen.

Weitere Hinweise für die Auswahl der Meßparameter sind im Kapitel 7 gegeben.

Im Folgenden werden die Funktionen und die erlaubten numerischen Eingabewerte der einzelnen Soft Keys beschrieben.
Auf die Beschreibung der Soft Keys, deren Funktionen offensichtlich sind, wird dabei verzichtet.

3.5.1. MESSUNGEN BEI KONSTANTER WELLENLÄNGE (TIME DRIVE)



02	NM 0.25	NM 1	NM 2	NM 4				
03	AUTO	SECONDS 0	SECONDS 0.2	SECONDS 0.5	SECONDS 1	SECONDS 2	SECONDS 5	SECONDS 10
04	AUTO LAMP	UV	VIS	OFF				
05	NO OF* CYCLES	CYCLE* TIME						
06	ON			PRINT DATA	OFF			
07	ORD* MIN	ORD* MAX	AUTO RANGE					
08	FILES*	MEMORIZE *	AUTO CLR SCREEN	UPDATE* INSTR				
09		AUTO PLOT	AUTO SCREEN	AUTO METHOD		PRINT METHOD		

Bild 3-4. Parameterseite und Soft-Key-Funktionen für Messungen bei konstanter Wellenlänge (TIME DRIVE)

Parameter	Soft Key	Funktion
ORDINATE MODE	-	Eingabe der gewünschten Meßwertausgabe (Ordinatenmodus).
	%T	% Durchlässigkeit (Transmission)
	ABS	Extinktion (Absorbance)
	CONC	Konzentration
SLIT	NM 0.25 ; 1 2 ; 4	Eingabe der gewünschten spektralen Spaltbreite durch Drücken der betreffenden Soft Key.
RESPONSE	-	Eingabe der Zeitkonstante in Sekunden für die gewählte spektrale Spaltbreite.
	AUTO	Automatische Auswahl durch das Spektrometer selbst. Die Wahl dieser Funktion wird in der Zeile durch A angezeigt. Sie wird durch nochmaliges Betätigen dieser Soft Key wieder gelöscht. Wenn die Spaltbreite geändert wird, wechselt die Zeitkonstante ebenfalls automatisch auf den optimalen Wert.
	SECONDS 0 ; 0.2 0.5 ; 1 2 ; 5 ; 10	Zur Eingabe einer festen Zeitkonstante durch Drücken der betreffenden Soft Key.
LAMP	-	Eingabe zum Einschalten der Strahlungsquellen. Nach Einschalten des Spektrometers wird die Vorgabeeinstellung angezeigt.
	AUTO* LAMP	Eingabe der gewünschten Wellenlänge für den Lampenwechsel und zum Einschalten beider Lampen. Wenn eine der Lampen ausgeschaltet ist, werden durch Drücken der Taste AUTO LAMP beide eingeschaltet. Mit einer numerischen Eingabe von 300...340 nm, gefolgt vom Drücken der Taste AUTO LAMP kann der Lampenwechsel in diesem Bereich variiert werden. Dies ist nützlich, falls auf der Wellenlänge, bei der normalerweise der Lampenwechsel vorgenommen wird, eine Messung durchgeführt werden soll.

Parameter	Soft Key	Funktion
LAMP (Forts.)	UV	Zum Einschalten der Deuteriumlampe für UV-Bereich.
	VIS	Zum Einschalten der Wolfram-Halogenlampe für VIS-Bereich.
	OFF	Zum Ausschalten beider Lampen.
CYCLES/ TIME	-	Eingabe der Anzahl Messungen je Probe und der Zeit zwischen den Messungen.
	NO OF CYCLES*	Zur numerischen Eingabe der Anzahl der Messungen. Vorwählbar: 1...99 Messungen.
	CYCLE* TIME	Zur Eingabe des Zeitintervalls in Minuten, das nach der ersten Messung jeweils vor den darauffolgenden Messungen eingehalten werden soll. Vorwählbar: 0,00...99,99 Minuten. Wenn 0 eingegeben wird, werden die Wiederholmessungen unmittelbar hintereinander ohne Zeitintervall durchgeführt. Die eingegebene NO OF CYCLES und CYCLE TIME bestimmen die Dauer der Gesamtmeßzeit und die Begrenzung der Zeitachse auf der Graphikseite. Die Länge der Zeitachse in Minuten ergibt sich aus dem Produkt von NO OF CYCLES x CYCLE TIME.
RECORDER	-	Vorwahl der Aktivierung des angeschlossnen Druckers.
	ON	Eingestellte PRINTER-Vorgaben (s. u.) wirksam.
	PRINT DATA	Bei der Wahl dieser Funktion erfolgt nach jeder Messung ein automatischer Ausdruck der Meßdaten (Abszissen- und Ordinatenwert) im gleichen Format wie der Ausdruck der Ergebnisseite (s. Abschnitt 3.6). PRINT DATA wird empfohlen, wenn mehr Meßdaten erwartet werden als auf der Ergebnisseite Platz finden (max. 30 Zeilen). Die eingestellten PRINTER-Vorgaben (s. u) sind wirksam.
	OFF	Eingestellte PRINTER-Vorgaben (s. u.) nicht wirksam.

Parameter	Soft Key	Funktion
ORD MIN/MAX	-	Eingabe der unteren und oberen Grenzwerte der Ordinate für die Darstellung auf der Graphikseite.
	ORD* MIN	Zur Eingabe des unteren Ordinatengrenzwerts.
	ORD* MAX	Zur Eingabe des oberen Ordinatengrenzwerts.
	AUTO RANGE	Bei der Wahl dieser Funktion wird der Anteil eines Meßsignals, der den auf der Graphikseite vorgegebenen Ordinatenbereich überschreitet, um den Betrag des gegebenen Ordinatenbereichs in Richtung Abszisse versetzt und weiter angezeigt. Dieser Vorgang wird ggf. mehrmals wiederholt. Dadurch können Peakspitzen von Meßsignalen, die den Ordinatenbereich überschreiten, graphisch erfaßt werden. Die Wahl dieser Funktion wird in der Zeile durch A angezeigt. Sie wird durch nochmaliges Betätigen dieser Soft Key wieder gelöscht.
MEMORIZE	-	Eingabe der Parameter zur Speicherung der Meßdaten.
	FILES*	Zur Vorwahl der Anzahl der Dateien (Files) für die Speicherung der Meßdaten. In der Funktion analog wie bei Meßmethode SCAN (s. Abschnitt 3.5.2).
	MEMORIZE*	Zur Eingabe der Speicheradresse (1 bis 6) unter der die aufgenommenen Meßdaten abgelegt werden sollen. In der Funktion analog wie bei Meßmethode SCAN (s. Abschnitt 3.5.2).
	AUTO CLR SCREEN	Automatische Löschung der Graphikseite. In der Funktion analog wie bei Meßmethode SCAN (s. Abschnitt 3.5.2).
	UPDATE* INSTR	Aufrufen von Methodenparametern gespeicherter Messungen. In der Funktion analog wie bei Meßmethode SCAN (s. Abschnitt 3.5.2).

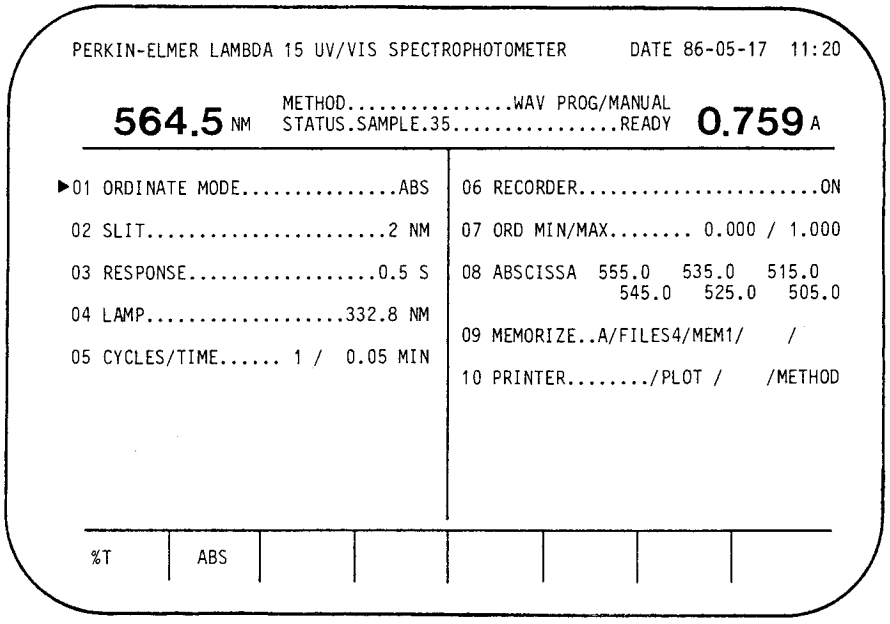
Parameter	Soft Key	Funktion
PRINTER	-	Vorwahl des gewünschten automatischen Ausdrucks nach beendeter Messung.
	AUTO PLOT	Wenn diese Funktion vorgewählt ist, wird nach beendeter Meßdatenaufnahme automatisch der Inhalt der Graphikseite ausgedruckt, sofern die RECORDER-Eingabe ON vorgewählt ist. Diese Funktion wird durch nochmaliges Drücken der Soft Key AUTO PLOT wieder gelöscht.
	AUTO SCREEN	Wenn diese Funktion vorgewählt ist, wird nach beendeter Messung automatisch die Ergebnisseite ausgedruckt, sofern die RECORDER-Eingabe ON vorgewählt ist. Diese Funktion wird durch nochmaliges Drücken der Soft Key AUTO SCREEN gelöscht. ANMERKUNG: Wenn die RECORDER-Eingabe PRINT DATA und die PRINTER-Funktion AUTO SCREEN vorgewählt ist, werden die Meßergebnisse nur einmal ausgedruckt.
	AUTO METHOD	Wenn diese Funktion vorgewählt ist, wird die erstellte Methode nach beendeter Messung automatisch ausgedruckt, sofern die RECORDER-Eingabe ON vorgewählt ist. Diese Funktion wird durch nochmaliges Drücken der Taste AUTO METHOD gelöscht. HINWEIS: AUTO PLOT, AUTO SCREEN und AUTO METHOD sind nicht aktiv, wenn die RECORDER-Eingabe OFF vorgewählt ist.
	PRINT METHOD	Durch Drücken dieser Soft Key werden die vorgewählte Meßmethode und die eingestellten Parameter sofort ausgedruckt. HINWEIS: Die Funktion PRINT METHOD ist auf der Methoden- und Ergebnisseite ebenfalls vorhanden. Funktion PRINT METHOD ist auch dann aktiv, wenn die RECORDER-Eingabe OFF vorgewählt ist.

Parameter	Soft Key	Funktion

Wenn Messungen in Konzentration vorgewählt worden sind, erscheint zusätzlich folgende Parameterzeile:

K-FACT	-	Eingabe der Parameter für die Konzentrations-Kalibrierung. Eine numerische Eingabe für K-FACT oder eine Bezugslösung (Standard), die außerhalb des erlaubten Eingabebereichs liegt, wird vom System nicht angenommen und erscheint auch nicht in der K-FACT-Zeile.
	K-FACT*	Zur Eingabe des Konzentrationsfaktors. Vorwählbar: 0...9999.
	STD A*	Zur Eingabe eines bekannten Konzentrationswerts in einer Bezugslösung (Standard). Wenn ein Konzentrationswert eingegeben worden ist, wird die Kalibrierung automatisch durchgeführt. Maximal erlaubte numerische Eingabe: Das 9999-fache des Extinktionswerts. Nach der Kalibrierung wird der errechnete Konzentrationsfaktor in der K-FACT-Zeile angezeigt.
	STD B*	Zur Eingabe eines bekannten Konzentrationswerts in einer 2. Bezugslösung für eine 2-Punkt-Kalibrierung zur Linearisierung einer nichtlineraren Bezugsfunktion.

3.5.1.1. Betrieb mit Wellenlängenprogramm (WAV PROG)



02	NM 0.25	NM 1	NM 2	NM 4				
03	AUTO	SECONDS 0	SECONDS 0.2	SECONDS 0.5	SECONDS 1	SECONDS 2	SECONDS 5	SECONDS 10
04	AUTO* LAMP	UV	VIS	OFF				
05	NO OF* CYCLES	CYCLE* TIME						
06	ON		PRINT DATA	OFF				
07	ORD* MIN	ORD* MAX	AUTO RANGE					
08	ABSC 1* NM	ABSC 2* NM	ABSC 3* NM	ABSC 4* NM	ABSC 5* NM	ABSC 6* NM		
09	FILES *	MEMORIZE *	AUTO CLR SCREEN	UPDATE* INSTR				
10		AUTO PLOT	AUTO SCREEN	AUTO METHOD		PRINT METHOD		

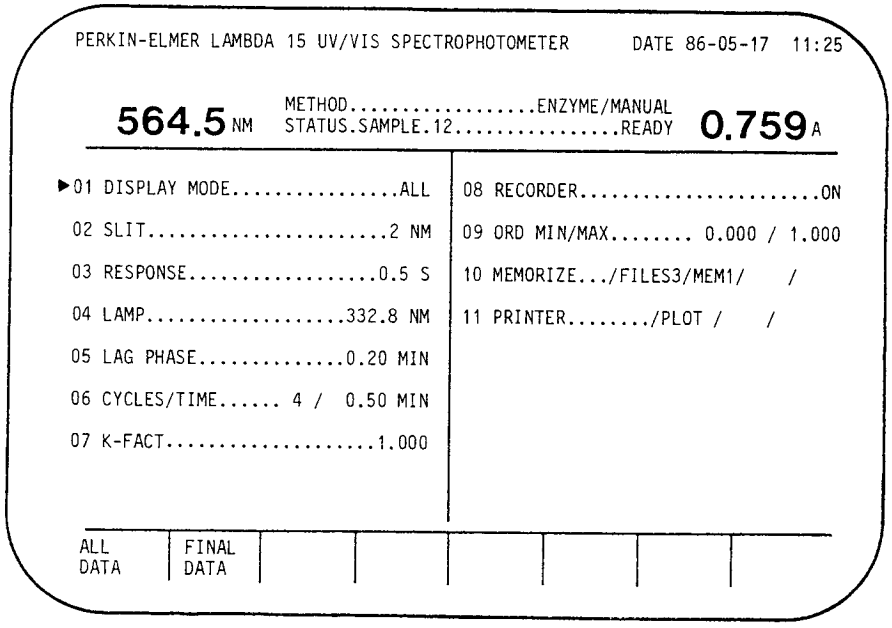
Bild 3-5. Parameterseite und Soft-Key-Funktionen für Wellenlängenprogramm (WAV PROG)

ANMERKUNG: Das Wellenlängenprogramm ist ein wahlweises Zubehör. Diese Bildschirmseite und Soft-Key-Funktionen sind nur zugänglich, wenn das Spektrometer mit diesem Zusatz ausgerüstet ist.

Die nicht aufgeführten Soft Keys haben die gleiche Funktion wie in den vorhergehenden Abschnitten beschrieben.

Parameter	Soft Key	Funktion
RESPONSE		Die eingegebene RESPONSE-Zeit bestimmt gleichzeitig die Dauer und damit die Signalbreite der einzelnen Messungen bei den vorgewählten Wellenlängen. Die einzelne Meßdauer/Signalbreite entspricht etwa dem 2fachen der eingegebenen RESPONSE-Zeit. Bei RESPONSE-Eingabe 0 beträgt die Signalbreite ca. 0,3 Sekunden.
CYCLES/ TIME		Wenn graphische Meßdatenaufzeichnung gewünscht wird, darauf achten, daß die Zeitachse (Minuten; ergibt sich aus NO OF CYCLES x CYCLE TIME) lang genug gewählt wird. Die Gesamtdauer der Messungen hängt ab - vom Zeitbedarf des Spektrometers zum Einstellen der Wellenlängen, - der Dauer der einzelnen Messungen (Signalbreite). Die Signalbreite ergibt sich wiederum aus der eingegebenen RESPONSE-Zeit (s. o.). Bei zu kurzer Zeitachse erscheinen nicht alle Meßsignale auf der Graphikseite. Sie können auch nicht nachträglich nach einer geänderten CYCLES/TIME-Eingabe mit Funktion VIEW abgerufen und auf der Graphikseite dargestellt werden. Die Meßdaten selbst werden jedoch in der Ergebnisseite angezeigt und im Meßdatenausdruck aufgezeichnet.
ABSCISSA	ABSC 1* bis ABSC 6*	Zur Eingabe der gewünschten Wellenlängen, bei denen die Messungen durchgeführt werden sollen. Die Eingaben können in beliebiger Reihenfolge vorgenommen werden. Die Messungen selbst werden jedoch immer in der Reihenfolge ABSC 1 bis ABSC 6 durchgeführt. Wenn weniger als 6 Abszissenwerte eingegeben werden, sollte für die freibleibenden Positionen jeweils 0 eingegeben werden.

3.5.1.2. Enzymkinetische Messungen (ENZYME)



02	NM 0.25	NM 1	NM 2	NM 4				
03	AUTO	SECONDS 0	SECONDS 0.2	SECONDS 0.5	SECONDS 1	SECONDS 2	SECONDS 5	SECONDS 10
04	AUTO * LAMP	UV	VIS	OFF				
05	MIN *							
06	NO OF * CYCLES	CYCLE * TIME						
07	K-FACT *							
08	ON			PRINT DATA	OFF			
09	ORD * MIN	ORD * MAX	AUTO RANGE					
10	FILES *	MEMORIZE *	AUTO CLR SCREEN	UPDATE * INSTR				
11		AUTO PLOT	AUTO SCREEN	AUTO METHOD		PRINT METHOD		

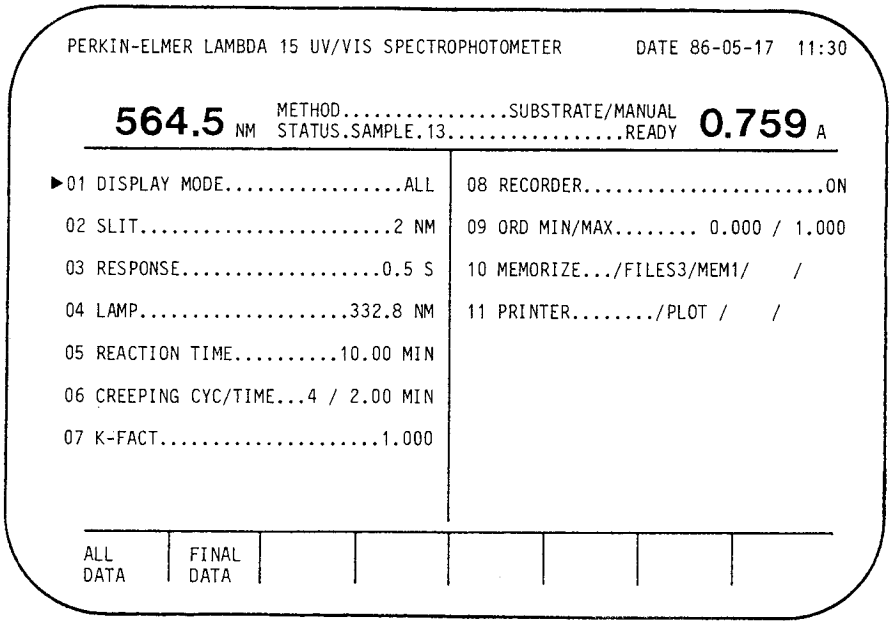
Bild 3-6. Parameterseite und Soft-Key-Funktionen für enzymkinetische Messungen (ENZYME)

ANMERKUNG: Die Meßmethoden für enzym- und substratkinetische Bestimmungen sind wahlweises Zubehör.
Diese Bildschirmseite und Soft-Key-Funktionen sind nur zugänglich, wenn das Spektrometer mit diesem Zusatz ausgerüstet ist.

Die nicht aufgeführten Soft Keys haben die gleiche Funktion wie im vorhergehenden Abschnitt beschrieben.

Parameter	Soft Key	Funktion
DISPLAY MODE	-	Eingabe der gewünschten Datenpräsentation nach beendeter Messung.
	ALL DATA	Auf der Ergebnisseite werden alle Zwischenwerte sowie die errechneten Endresultate angezeigt.
	FINAL DATA	Auf der Ergebnisseite werden nur die errechneten Resultate ohne Zwischenwerte angezeigt.
LAG PHASE	MIN*	Eingabe einer Verzögerungszeit zwischen Drücken der RUN-Taste und Beginn der Meßdatenaufnahme. Vorwählbar: 0,00...99,99 Minuten
CYCLES/ TIME	-	Eingabe der Anzahl der Messungen und der Dauer der Zeitintervalle zwischen den Messungen in Minuten. Die Länge der Zeitachse in Minuten auf der Graphikseite ergibt sich aus dem Produkt von NO OF CYCLES x CYCLE TIME.
	NO OF* CYCLES	Zur numerischen Eingabe der Anzahl der Messungen, aus denen die mittlere Geschwindigkeit der Extinktionsänderung DA berechnet werden soll. Vorwählbar: 2...99 Messungen
	CYCLE* TIME	Zur Eingabe der Zeitintervalle, die zwischen den einzelnen Extinktionsmessungen verstreichen soll. Vorwählbar: 0,01...99,99 Minuten
K FACT	K FACT*	Zur numerischen Eingabe des kinetischen Faktors, mit dem aus der ermittellten Geschwindigkeit der Extinktionsänderung (Steigung der Extinktionskurve) die Enzymaktivität errechnet wird.

3.5.1.3. Substratkinetische Messungen (SUBSTRATE)



02	NM 0.25	NM 1	NM 2	NM 4				
03	AUTO	SECONDS 0	SECONDS 0.2	SECONDS 0.5	SECONDS 1	SECONDS 2	SECONDS 5	SECONDS 10
04	AUTO LAMP *	UV	VIS	OFF				
05	MIN *							
06	NO OF CYCLES *	CYCLE TIME *						
07	K-FACT *							
08	ON		PRINT DATA	OFF				
09	ORD MIN *	ORD MAX *	AUTO RANGE					
10	FILES *	MEMORIZE *	AUTO CLR SCREEN	UPDATE INSTR *				
11		AUTO PLOT	AUTO SCREEN	AUTO METHOD		PRINT METHOD		

Bild 3-7. Parameterseite und Soft-Key-Funktionen für substratkinetische Messungen (SUBSTRATE)

ANMERKUNG: Die Meßmethoden für enzym- und substratkinetische Bestimmungen sind wahlweises Zubehör.
Diese Bildschirmseite und Soft-Key-Funktionen sind nur zugänglich, wenn das Spektrometer mit diesem Zusatz ausgerüstet ist.

Die nicht aufgeführten Soft Keys haben die gleiche Funktion wie in den vorhergehenden Abschnitten beschrieben.

Parameter	Soft Key	Funktion
REACTION TIME	MIN*	Eingabe der Zeitspanne zwischen der Aufnahme des Start-Extinktionswerts (nach 2. Drücken der Taste RUN) und Aufnahme der unkorrigierten Extinktion gegen Ende der Reaktion. Aus diesen beiden Werten wird die unkorrigierte Extinktionsänderung ermittelt. Nach Ablauf der REACTION TIME beginnt die Ermittlung des Extinktionsanteils der Schleichreaktion. Vorwählbar: 0,01...99,99 Minuten Die Gesamtdauer der Messung und die Länge T der Zeitachse in Minuten ergibt sich aus T = REACTION TIME + (NO OF CYCLES + 2) x CYCLE TIME
CREEPING CYC/TIME	-	Eingabe der Anzahl Messungen und des Zeitintervalls zwischen den Messungen, die zur Ermittlung des Extinktionsanteils der Schleichreaktion durchgeführt werden sollen.
	NO OF* CYCLES	Zur Eingabe der Anzahl Messungen während der Schleichreaktion. Vorwählbar: 2...99
	CYCLE* TIME	Zur Eingabe des Zeitintervalls zwischen jeder Messung. Nach Ablauf der REACTION TIME wird das Zeitintervall vor Beginn der ersten Schleichreaktionmessung eingehalten. Vorwählbar: 0,01...99,99 Minuten
K FACT	K FACT*	Zur numerischen Eingabe des kinetischen Faktors, mit dem aus der ermittellten korrigierten Extinktionsänderung die Enzymaktivität errechnet wird.

3.5.2. SPEKTRENAUFNAHME (SCAN)

PERKIN-ELMER LAMBDA 17 UV/VIS SPECTROPHOTOMETER DATE 86-05-13 15:25

564.5 NM METHOD.....SCAN/MANUAL STATUS.SAMPLE.01.....READY **0.759** A

▶01 ORDINATE MODE.....ABS	08 RECORDER.....ON
02 SLIT.....2 NM	09 ORD MIN/MAX..... 0.000 / 1.300
03 SCAN SPEED..... 60 NM/MIN	10 ABSC MIN/MAX.....450.0 / 650.0
04 RESPONSE.....0.5 S	11 MEMORIZE.../FILES3/MEM1/ /
05 LAMP.....332.4 NM	12 PRINTER...../PLOT /SCREEN/
06 CYCLES/TIME..... 1 / 0.05 MIN	
07 PEAK THRESHOLD.....0.02 A	

%T	ABS	DERIV *	SINGLE BEAM				

02	NM 0.25	NM 1	NM 2	NM 4				
03	NM/MIN 7.5	NM/MIN 30	NM/MIN 60	NM/MIN 120	NM/MIN 240	NM/MIN 480	NM/MIN 960	NM/MIN 1440
04	AUTO	SECONDS 0	SECONDS 0.2	SECONDS 0.5	SECONDS 1	SECONDS 2	SECONDS 5	SECONDS 10
05	AUTO * LAMP	UV	VIS	OFF				
06	NO OF * CYCLES	CYCLE * TIME						
07	PEAK * THRESH							
08	PRINT DATA	ON			OFF			
09	ORD * MIN	ORD * MAX	AUTO RANGE					
10	ABSC * MIN	ABSC * MAX						
11	FILES *	MEMORIZE *	ADD * FILE	SUB * FILE	SPECTRUM FILE *	MULT * FACT	AUTO CLR SCREEN	UPDATE * INSTR
12		AUTO PLOT	AUTO SCREEN	AUTO METHOD		PRINT METHOD		

Bild 3-8. Parameterseite und Soft-Key-Funktionen für Spektrenaufnahme (SCAN; %T oder Extinktion)

Die nicht aufgeführten Soft Keys haben die gleiche Funktion wie bei Meßmethode TIME DRIVE (s. Abschnitt 3.5.1).

Parameter	Soft Key	Funktion
SCAN SPEED	-	Eingabe der Geschwindigkeit des Monochromatorvorschubs (Scan-Geschwindigkeit).
	NM/MIN 7.5 ; 30 60 ; 120 240 ; 480 960 ; 1440	Zur Eingabe der gewünschten Scan-Geschwindigkeit durch Drücken der betreffenden Soft Key.
RESPONSE	-	Eingabe der Zeitkonstante für die gewählte spektrale Spaltbreite und Scan-Geschwindigkeit.
	AUTO	Automatische Auswahl durch das Spektrometer selbst. Die Wahl dieser Funktion wird in der RESPONSE-Zeile durch A angezeigt. Wenn die Spalbreite oder die Scan-Geschwindigkeit geändert wird, wechselt die Zeitkonstante ebenfalls automatisch auf den optimalen Wert. Diese Funktion wird durch die Soft-Key-Eingabe der Zeitkonstante gelöscht.
	SECONDS 0 ; 0.2 0.5 ; 1 2 ; 5 ; 10	Zur Eingabe einer festen Zeitkonstante durch Drücken der betreffenden Soft Key.
PEAK THRESHOLD	PEAK* THRESH	Zur Eingabe eines Minimum-Ordinatenwerts. Nur Meßwerte, die diesen Wert überschreiten, werden in der Peaktabelle in der Ergebniseite aufgeführt.
RECORDER	PRINT DATA	Während des ablaufenden Scan-Vorgangs Ausdruck einer Peaktabelle mit Abszissen- und Ordinatenwerten im gleichen Format wie die Ergebnisseite.
ABSC MIN/MAX	-	Eingabe des gewünschten Wellenlängenbereichs.
	ABSC* MIN	Zur Eingabe der unteren Grenze des Wellenlängenbereichs.
	ABSC* MAX	Zur Eingabe der oberen Grenze des Wellenlängenbereichs.

Parameter	Soft Key	Funktion
MEMORIZE	FILES*	Zur Vorwahl der Anzahl der Spektrendateien (Files) für die Speicherung der spektralen Daten. Erlaubte numerische Eingaben: 1...6, ganzzahlig Default-Einstellung: 3 Wenn Spektren und die zugehörigen Daten gespeichert werden sollen, muß zuvor der Datenspeicher eingerichtet oder neu organisiert werden. Dies wird mit dieser Funktion durchgeführt und muß vor Beginn der Spektrenaufnahme vorgenommen werden. Durch die numerische Eingabe wird der Gesamtspeicher (16 kByte; ausreichend für 4080 Datenpunkte) in bis zu 6 gleich große Teilspeicher aufgeteilt (vgl. Abschnitt 1.6). Die vorgewählte Aufteilung wird jedoch erst vollzogen, wenn die Taste RUN/STOP gedrückt wird. Beispiel: Der Gesamtspeicher soll in 4 gleich große Teilspeicher aufgeteilt werden, wodurch jeder Teilspeicher 1020 Datenpunkte aufnehmen kann. Dazu 4 eintippen, anschließend Soft Key FILES drücken. In der MEMORIZE-Zeile erscheint die Anzeige MEMORIZE.../FILES4/ / / Nach Betätigen der Taste RUN/STOP wird die gewählte Speichereinteilung vollzogen. Es können bis zu 6 spektrale Dateien gespeichert werden. WICHTIG: Durch die Neueinteilung des Gesamtspeichers werden alle vorher gespeicherten spektrale Dateien gelöscht.
	MEMORIZE*	Zur Eingabe der Speicheradresse (1 bis 6), unter der das aufzunehmende Spektrum bzw. die Resultate der Funktionen ADD FILE, SUB FILE und MULT FACT (s. u.) abgelegt werden sollen. Erlaubte numerische Eingaben: 1...6, ganzzahlig, abhängig von der gewählten Anzahl der Teilspeicher. WICHTIG: Gespeicherte Spektren/Meßdaten sowie die Speicheraufteilung werden gelöscht, wenn das Spektrometer ausgeschaltet wird. Die eingegebene Speicheradresse (z. B. 1) wird in der MEMORIZE-Zeile als MEM-Wert angezeigt: MEMORIZE.../FILES4/MEM1/ /

Parameter	Soft Key	Funktion
MEMORIZE (Forts.)	MEMORIZE* (Forts.)	Falls versucht wird, eine Speicheradresse einzugeben, die höher liegt als durch die Speicheraufteilung möglich, erscheint eine Fehlermeldung. Beispiel: Wenn 3 Speicher vorgegeben sind (FILES3), können die numerischen Eingaben 4, 5 oder 6 nicht getätigt werden. Durch Drücken der Soft Key MEMORIZE ohne vorhergehende numerische Eingabe wird die angezeigte Speicheradresse (MEM-Wert) aus der MEMORIZE-Zeile gelöscht. Nach Drücken der Taste RUN wird die Spektrenaufnahme gestartet. Die aufgenommenen Spektrendaten werden sofort unter der eingegebenen Speicheradresse abgelegt. In der Speicheradresse zuvor abgelegte Daten werden gelöscht (überschrieben). Das Spektrum wird während der Aufnahme gleichzeitig auf der Graphikseite dargestellt. Wenn eine Spektrenaufnahme unterbrochen wird, können die bis zum Abbruch aufgenommenen Daten nicht abgerufen oder ausgewertet werden.
	ADD* FILE	Zur Addition zweier Spektren. Mit dieser Funktion können zwei gespeicherte Spektren miteinander addiert (Off-line-Addition) oder ein aufgenommenes Spektrum direkt zu einem gespeicherten Spektrum addiert werden (On-line-Addition). Das resultierende Spektrum wird automatisch in einer 3. Spektrendatei (Off-line-Addition) bzw. einer 2. Spektrendatei (On-line-Addition) abgelegt. Für die Programmierung der Spektrenaddition sind 3 Eingaben erforderlich: 1. Die Speicheradresse, unter der das resultierende Spektrum (Additionsergebnis) abgelegt werden soll. Diese Eingabe erfolgt über die Soft-Key-Funktion MEMORIZE (s. o). 2. Die Speicheradresse, unter der das Basisspektrum (1. Summand) abgelegt ist. Diese Eingabe erfolgt über die Soft-Key-Funktion SPECTRUM FILE (s. u.). 3. Die Speicheradresse unter der das zu addierende Spektrum gespeichert ist. Diese Eingabe erfolgt über die Soft-Key-Funktion ADD FILE. Erlaubte numerische Eingaben: 0...6, ganzzahlig

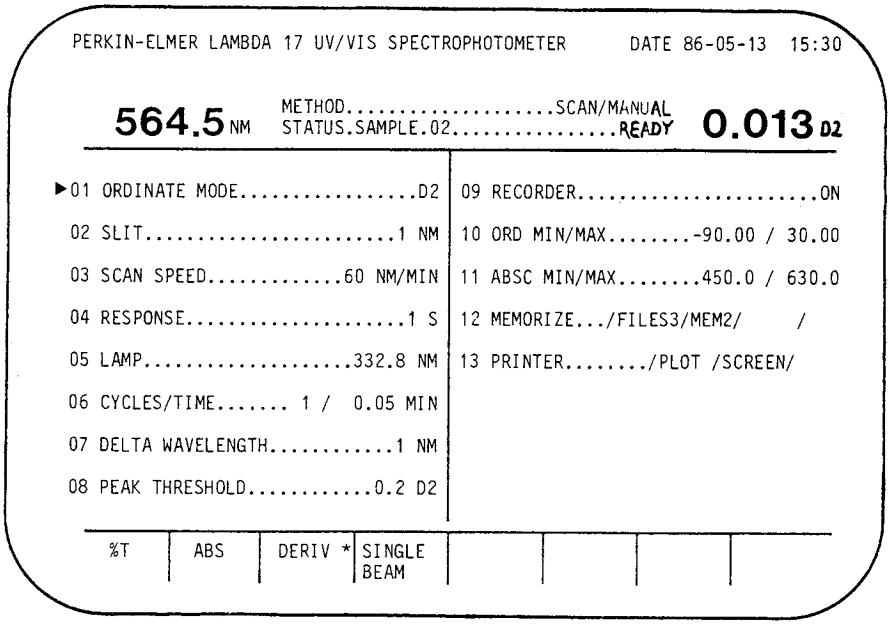
Parameter	Soft Key	Funktion
MEMORIZE (Forts.)	ADD* FILE (Forts.)	Durch die numerische Eingaben 1 bis 6 werden zwei gespeicherte Spektren addiert (Off-line-Addition). Durch die numerische Eingabe 0 wird das aufgenommene Spektrum zu dem gespeicherten Basisspektrum addiert (On-line-Addition). Durch Drücken der Soft Key ADD FILE ohne vorhergehende numerische Eingabe wird der eingegebene ADD-Wert aus der MEMORIZE-Zeile gelöscht. Die programmierte ADD-FILE-Routine wird mit Drücken der Taste RUN/STOP gestarte. Das Resultat wird gleichzeitig gespeichert und auf der Graphikseite angezeigt, wobei die gegenwärtig eingestellten Werte für ORD MIN/MAX und ABSC MIN/MAX gültig sind. Beispiele: 1. Eingabe in Zeile MEMORIZE für Off-line-Addition: MEMORIZE...FILES4/MEM3/SPTR2/ADD1 Nach Drücken der Taste RUN/STOP wird das Spektrum im Speicher 2 (SPTR2) abgerufen und zu diesem das Spektrum aus dem Speicher 1 (ADD1) addiert. Das Ergebnis wird im Speicher 3 (MEM3) abgelegt. 2. Eingabe in Zeile MEMORIZE für On-line-Addition: MEMORIZE...FILES4/MEM3/SPTR2/ADD0 Nach Drücken der Taste RUN/STOP wird das Spektrum im Speicher 2 (SPTR2) abgerufen; zu diesem wird direkt das vom Spektrometer aufgenommene Spektrum addiert (ADD0). Das Ergebnis wird im Speicher 3 (MEM3) abgelegt. Die beiden Spektren, die addiert werden sollen, müssen unter denselben Bedingungen aufgenommen werden.
	SUB* FILE	Zur Subtraktion zweier Spektren. Diese Funktion ist analog zur Funktion ADD FILE, jedoch die Spektrensubtraktion betreffend. Es ist ebenfalls On-line- und Off-line-Subtraktion möglich. Die Programmierung der SUB-FILE-Funktion erfolgt auf die gleiche Weise wie bei der Funktion ADD FILE beschrieben.

Parameter	Soft Key	Funktion
MEMORIZE (Forts.)	SUB* FILE (Forts.)	Beispiele: 1. Eingabe in Zeile MEMORIZE für Off-line-Subtraktion: MEMORIZE...FILES4/MEM3/SPTR2/SUB1 Nach Drücken der Taste RUN/STOP wird das Spektrum im Speicher 2 (SPTR2) abgerufen und von diesem das Spektrum aus dem Speicher 1 (SUB1) subtrahiert. Das Ergebnis wird im Speicher 3 (MEM3) abgelegt. 2. Eingabe in Zeile MEMORIZE für On-line-Subtraktion: MEMORIZE...FILES4/MEM3/SPTR2/SUB0 Nach Drücken der Taste RUN/STOP wird das Spektrum im Speicher 2 (SPTR2) abgerufen; von diesem wird direkt das vom Spektrometer aufgenommene Spektrum subtrahiert (SUB0). Das Ergebnis wird im Speicher 3 (MEM3) abgelegt.
	SPECTRUM* FILE	Zur Eingabe der Speicheradresse für das Basisspektrum, das zur Addition, Subtraktion oder Multiplikation herangezogen werden soll. Erlaubte numerische Eingaben: 0...6, ganzzahlig Durch die numerische Eingabe 1 bis 6 wird das Spektrum von der betreffenden Datei (Speicher) abgerufen. Durch die numerische Eingabe 0 wird das Spektrum im Arbeitsspeicher (Memory) des Spektrometers vorgewählt. Dies ermöglicht z. B. die Kumulation mehrerer Spektren derselben Probe, indem in die MEMORIZE-Zeile SPTR0 und ADD0 eingetragen wird. Die gewählte Speicheradresse erscheint in der MEMORIZE-Zeile als SPTR-Wert. Durch Drücken der Soft Key SPECTRUM FILE ohne vorhergehende numerische Eingabe wird der eingegebene SPTR-Wert aus der MEMORIZE-Zeile gelöscht.

Parameter	Soft Key	Funktion
MEMORIZE (Forts.)	MULT* FACT	Zur Multiplikation eines Spektrums mit einem Faktor. Jedes mit Funktion SPECTRUM FILE adressierte Spektrum kann mit einem Faktor multipliziert werden. Mit der Eingabe eines negativen Faktors kann das Spektrum an der Abszisse "gespiegelt" werden. Erlaubte Faktoreingaben: -9999...+9999 Für die Programmierung der Spektrenmultiplikation sind 3 Eingaben erforderlich: 1. Die Speicheradresse, unter der das resultierende Spektrum (Multiplikationsergebnis) abgelegt werden soll. Diese Eingabe erfolgt über die Soft-Key-Funktion MEMORIZE (s. o). 2. Die Speicheradresse, unter der das Basisspektrum abgelegt ist. Diese Eingabe erfolgt über die Soft-Key-Funktion SPECTRUM FILE (s. o.). 3. Gewünschten Faktor eintippen, anschließend Soft Key MULT FACT drücken. Die programmierte MULT-Routine wird mit Drücken der Taste RUN/STOP gestartet Beispiel: Eingabe in Zeile MEMORIZE: MEMORIZE.../FILES4/MEM4/SPTR1/MULT2 Nach Drücken der RUN/STOP-Taste wird das Spektrum im Speicher 1 (SPTR1) aufgerufen und mit Faktor 2 multipliziert (MULT2). Das Ergebnis wird im Speicher 4 (MEM4) abgelegt. Durch Drücken der Taste MULT FACT ohne vorhergehende numerische Eingabe wird der eingegebene MULT-Wert aus der MEMORIZE-Zeile gelöscht.

Parameter	Soft Key	Funktion
MEMORIZE (Forts.)	AUTO CLR SCREEN	Automatische Löschung der Graphikseite. Das zuletzt aufgenommene Spektrum bleibt normalerweise auf der Graphikseite bis es gelöscht wird. Auf der Graphikseite angezeigte Spektren können mit der Funktion CLEAR SCREEN (Graphikseite) oder durch Vorgabe von AUTO CLR SCREEN vom Bildschirm gelöscht werden. Wenn die Funktion AUTO CLR SCREEEN vorgewählt ist, wird die angezeigte Graphik automatisch gelöscht, wenn - die vorgewählten automatischen Ausdrucke beendet sind; - Taste RUN/STOP gedrückt wird; - Soft Key VIEW (Graphikseite) gedrückt wird; - Funktion PLOT (Graphikseite) aktiviert und der PLOT-Vorgang beendet ist; - Funktion ZOOM (Graphikseite) aktiviert wird. Die Wahl dieser Funktion wird in der MEMORIZE-Zeile durch A angezeigt. Diese Funktion kann gelöscht werden, indem die Soft Key AUTO CLR SCREEN ein zweites Mal gedrückt wird.
	UPDATE* INSTR	Mit dieser Funktion können die Methodenparameter einer bestimmten gespeicherten Spektrendatei aufgerufen und in die Parameterseite eingetragen werden; das Spektrometer wird dadurch auf diese Parameter eingestellt. Erlaubte numerische Eingaben: 1...6, ganzzahlig Aufgerufen werden nur die Parameter, die für die Spektrenaufnahme notwendig sind. Bei Scan-Betrieb werden in den Zeilen ORDINATE MODE SCAN SPEED RESPONSE ABSC MIN/MAX die aktualisierten Parameterwerte angezeigt.

3.5.2.1. Meßmethode SCAN für Ableitungsspektren (DERIV)



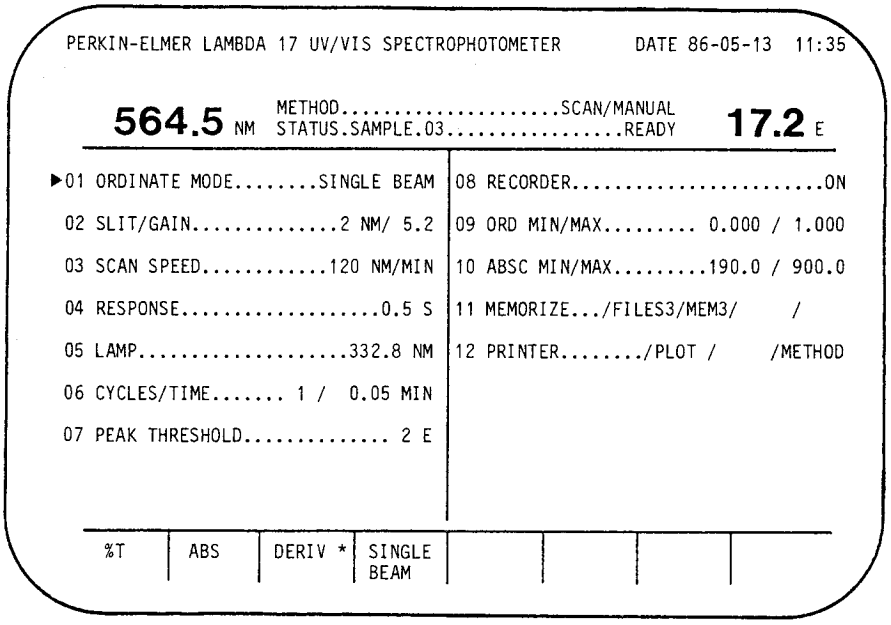
02	NM 0.25	NM 1	NM 2	NM 4				
03	NM/MIN 7.5	NM/MIN 30	NM/MIN 60	NM/MIN 120	NM/MIN 240	NM/MIN 480	NM/MIN 960	NM/MIN 1440
04	AUTO	SECONDS 0	SECONDS 0.2	SECONDS 0.5	SECONDS 1	SECONDS 2	SECONDS 5	SECONDS 10
05	AUTO * LAMP	UV	VIS	OFF				
06	NO OF * CYCLES	CYCLE * TIME						
07	AUTO	NM 1	NM 2	NM 3	NM 4	NM 6	NM 8	NM 10
08	PEAK * THRESH							
09	PRINT DATA	ON			OFF			
10	ORD * MIN	ORD * MAX	AUTO RANGE					
11	ABSC * MIN	ABSC * MAX						
12	FILES *	MEMORIZE *	ADD * FILE	SUB * FILE	SPECTRUM FILE *	MULT * FACT	AUTO CLR SCREEN	UPDATE * INSTR
13		AUTO PLOT	AUTO SCREEN	AUTO METHOD		PRINT METHOD		

Bild 3-9. Parameterseite und Soft-Key-Funktionen für Ableitungsspektren (SCAN; DERIV)

Die nicht aufgeführten Soft Keys haben die gleiche Funktion wie in den vorhergehenden Abschnitten beschrieben.

Parameter	Soft Key	Funktion
ORDINATE MODE	DERIV*	Eingabe der Ableitungsstufe. Durch die numerische Eingabe von 1, 2, 3 oder 4, gefolgt vom Drücken dieser Soft Key wird die 1., 2., 3. oder 4. Ableitung vorgewählt.
DELTA WAVELENGTH	-	Eingabe der Wellenlängendifferenz, mit der die Berechnung der Ableitung vorgenommen werden soll.
	AUTO	Automatische Festlegung der optimalen Wellenlängendifferenz.
	NM 1 ; 2 ; 3 4 ; 6 ; 8 10	Zur Eingabe einer festen Wellenlängendifferenz durch Drücken der betreffenden Soft Key.

3.5.2.2. Meßmethode SCAN bei Einstrahlbetrieb (SINGLE BEAM)



02	NM 0.25	NM 1	NM 2	NM 4			CAL * WAV	GAIN *
03	NM/MIN 7.5	NM/MIN 30	NM/MIN 60	NM/MIN 120	NM/MIN 240	NM/MIN 480	NM/MIN 960	NM/MIN 1440
04	AUTO	SECONDS 0	SECONDS 0.2	SECONDS 0.5	SECONDS 1	SECONDS 2	SECONDS 5	SECONDS 10
05	AUTO * LAMP	UV	VIS	OFF				
06	NO OF * CYCLES	CYCLE * TIME						
07	PEAK * THRESH							
08	PRINT DATA	ON			OFF			
09	ORD * MIN	ORD * MAX	AUTO RANGE					
10	ABSC * MIN	ABSC * MAX						
11	FILES *	MEMORIZE *	ADD * FILE	SUB * FILE	SPECTRUM FILE *	MULT * FACT	AUTO CLR SCREEN	UPDATE * INSTR
12		AUTO PLOT	AUTO SCREEN	AUTO METHOD		PRINT METHOD		

Bild 3-10. Parameterseite und Soft-Key-Funktionen für Einstrahlbetrieb (SCAN; SINGLE BEAM)

Die nicht aufgeführten Soft Keys haben die gleiche Funktion wie in den vorhergehenden Abschnitten beschrieben.

Parameter	Soft Key	Funktion
ORDINATE MODE	SINGLE BEAM	Zur Einstellung des Einstrahlbetriebs.
SLIT/ GAIN	-	Zusätzlich zur Spalteinstellung (SLIT) die Einstellung der Photomultiplier-Betriebsspannung und Möglichkeit zur Wellenlängenkalibrierung.
	CAL* WAV	Diese Funktion ermöglicht die Wellenlängen-kalibrierung bei einer geeigneten Spektrallinie oder bei einer schmalen Absorptionsbande. ACHTUNG: Taste CAL WAV nur betätigen wie im Abschnitt 6.7.3 beschrieben.
	GAIN*	Diese Funktion ermöglicht die Eingabe einer bestimmten Verstärkung für den Photomultiplier. Erlaubte Eingaben: 0.1...25.0, in Stufen von 0.1

3.6. ERGEBNISSEITE

Auf dieser Bildschirmseite werden die aufgenommenen Meßwerte aufgelistet. Angegeben werden Probennummer, Zykluszeit, Wellenlänge (Abszisse) und Meßwert (Ordinate).

3.6.1. RESULTATANZEIGE BEI MESSMETHODE TIME DRIVE

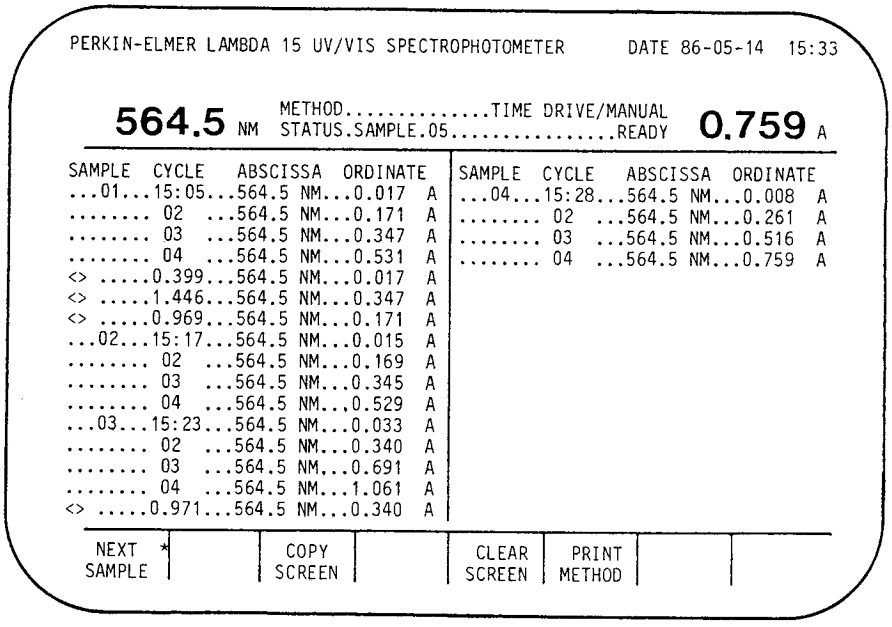


Bild 3-11. Ergebnisseite TIME DRIVE

Bei der automatischen Ergebnisaufzeichnung wird zu jedem Meßwert die Zyklusnummer (beim ersten oder einzigen die Uhrzeit, sofern eingegeben) angegeben. Bei der Ausgabe von Ergebnissen über die Funktion PRINT CURSOR (Graphikseite) wird der Zeitwert der Cursorposition angegeben.
Mit Funktion PRINT CURSOR ausgelesene Werte sind mit <> markiert.

Soft-Key-Funktionen

Soft Key	Funktion
NEXT* SAMPLE	Zur Eingabe der Nummer der nächsten Probe. Erlaubte Eingaben: 1...999, ganzahlig Nach Betätigen der Taste RUN werden Probennummer, Abszissen- und Ordinatenwert auf die Ergebnisseite übertragen. Wenn auf die Eingabe einer Probennummer verzichtet wird, erhöht sich nach jedem Betätigen der Taste RUN die Probennummer automatisch um 1. HINWEIS: Wenn zu Anfang keine Probennummer vorgegeben wird, werden die Daten ohne Probennumerierung auf die Ergebnisseite übertragen.
COPY SCREEN	Durch Drücken dieser Soft Key wird die angezeigte Ergebnisseite ausgedruckt.
CLEAR SCREEN	Zum Löschen des Inhalts der Ergebnisseite.
PRINT METHOD	Zum Ausdrucken der gewählten Meßmethode und Geräteparameter.

HINWEISE: Die Kapazität der Ergebnisseite beträgt 30 Zeilen.
Wenn die Seite voll ist, werden die vorhandenen Daten mit den neuen überschrieben.
Wenn ein Hardcopy-Ausdruck der Ergebnisseite gewünscht wird, sollte dies spätestens bei Zeile 30 durch Betätigen der Taste COPY SCREEN oder über die Vorgabe AUTO SCREEN veranlaßt werden.

COPY SCREEN oder AUTO SCREEN ist vorteilhaft beim Zusammenstellen von Daten oder Erstellen analytischer Reports.

Wenn Ergebnisse aus Einzelmessungen oder Wellenlängenprogrammen ausgedruckt werden sollen, wird die Vorgabe der RECORDER-Funktion PRINT DATA empfohlen.
Die Anwendung dieser Funktion empfiehlt sich auch, wenn die Anzahl der Messungen 30 übersteigt (z. B. bei wiederholten Messungen einer Probe oder bei Verwendung eines Cell Programmers).

3.6.2. RESULTATANZEIGE BEI MESSMETHODE ENZYME

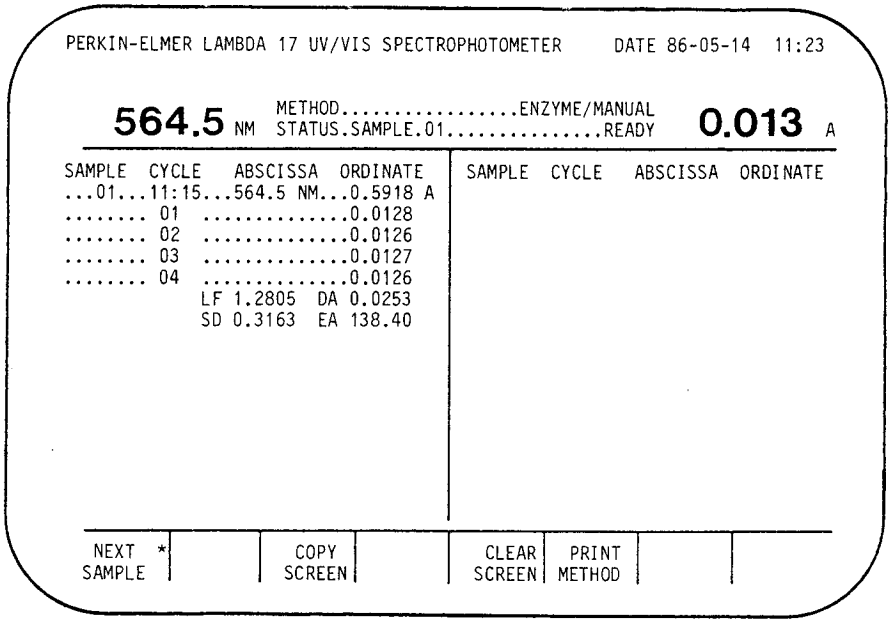


Bild 3-12. Ergebnisseite ENZYME

Wenn für DISPLAY MODE die Eingabe ALL DATA vorgewählt ist, wird auf der Ergebnisseite der Anfangs-Extinktionswert und nach jeder Messung die Extinktionsänderung angezeigt.
Wenn für DISPLAY MODE die Eingabe FINAL DATA vorgewählt ist, werden nur die errechneten Endresultate angezeigt.

Bezeichnung	Bedeutung
LF	Linearitätsfaktor. Er wird aus den einzeln gemessenen Extinktionsänderungen pro Zykluszeit, multipliziert mit dem eingegeben K FACTOR, errechnet. Bei einem linearen Verlauf der Einzelmessungen sollte der Linearitätsfaktor gegen Null gehen. Hohe positive oder negative LF-Werte bedeuten Nicht-Linearität.
DA	Delta Absorbance; gemittelte Geschwindigkeit der Extinktionsänderung (Extinktionseinheiten/min). Der DA-Wert wird aus den Einzelwerten mit der besten linearen Übereinstimmung ermittelt.
SD	Standardabweichung. Bestimmt aus den Einzelwerten, die zum Errechnen des DA-Werts herangezogen worden sind.
EA	Enzymaktivität. Dieser Wert wird aus dem DA-Wert und dem eingegebenen K FACTOR durch Muliplikation errechnet.

3.6.3. RESULTATANZEIGE BEI MESSMETHODE SUBSTRATE

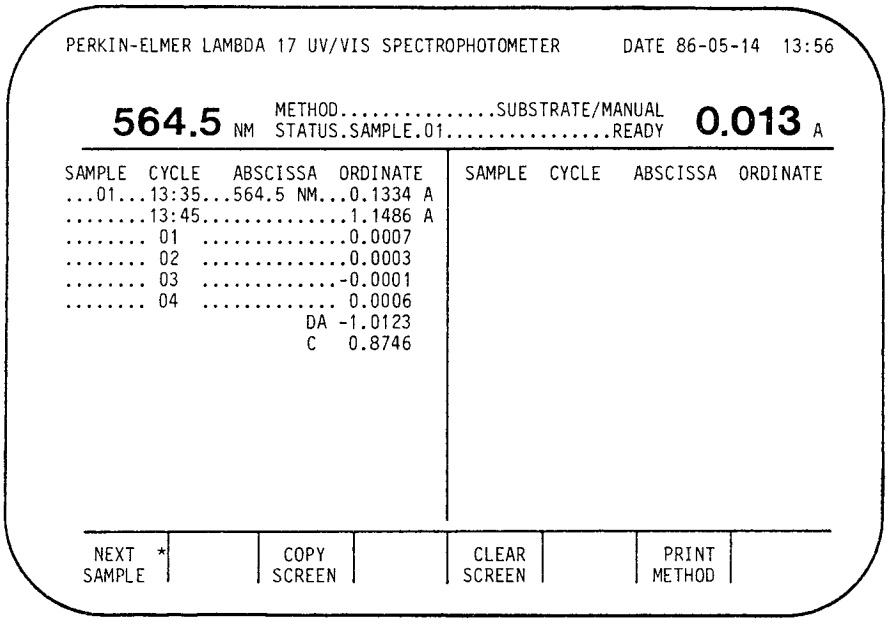


Bild 3-13. Ergebnisseite SUBSTRATE

Wenn für DISPLAY MODE die Eingabe ALL DATA vorgewählt ist, wird auf der Ergebnisseite angezeigt der Anfangs-Extinktionswert, der Extinktionswert bei Reaktionsende sowie die Extinktionsänderungen nach jeder Messung zur Bestimmung des Extinktionsanteils der Schleichreaktion.
Wenn für DISPLAY MODE die Eingabe FINAL DATA vorgewählt ist, werden nur die errechneten Endresultate angezeigt.

Bezeichnung	Bedeutung
DA	Delta Absorbance. Extinktionsänderung durch die Reaktion, korrigiert um den Extinktionsanteil der Schleichreaktion.
C	Konzentration des Substrats in der Probenlösung. Dieser Wert wird aus dem DA-Wert und dem eingegebenen K FACTOR durch Multiplikation errechnet.

3.7. GRAPHIKSEITE

3.7.1. WENN MESSMETHODE SCAN VORGEWÄHLT IST

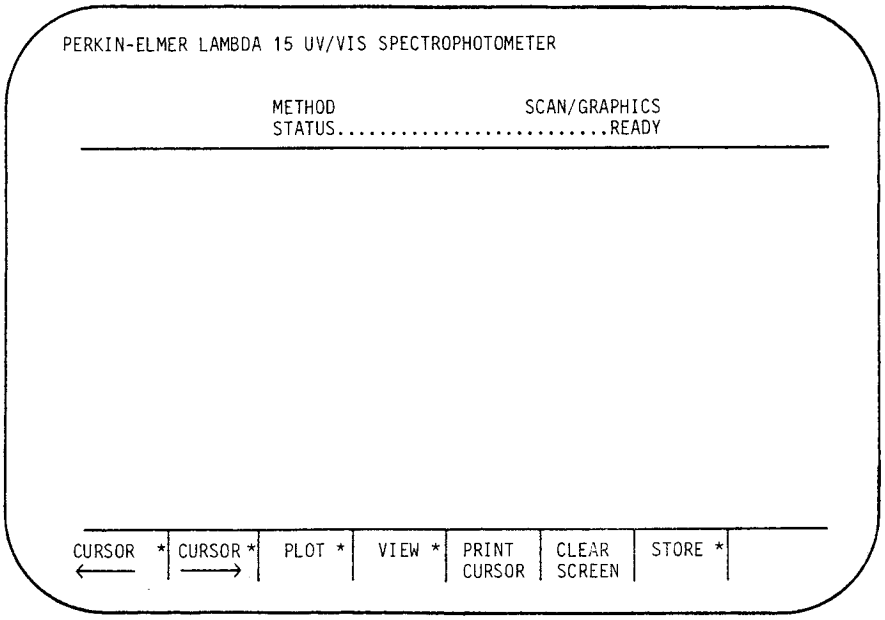


Bild 3-14. Graphikseite bei Spektrenaufnahme (SCAN)

Wenn Meßmethode SCAN (Spektrenregistrierung) programmiert ist, werden auf der Graphikseite die Ordinatenwerte als Funktion der Wellenlänge dargestellt. Auf der Abszisse wird der registrierte Wellenlängenbereich aufgetragen.

Soft-Key-Funktionen

Soft Key	Funktion
CURSOR* ←	Durch Drücken einer dieser Soft Keys wird die Cursorfunktion aktiviert und der Cursor in die Mitte der Abszisse eingeblendet. Durch weiteres Drücken der CURSOR-Soft-Keys wird der Cursor in der entsprechenden Pfeilrichtung verschoben.
CURSOR* →	

WICHTIG: Die Cursorfunktion ist nur dann aktiv, wenn Spektren mit der Funktion VIEW (s. u.) auf den Bildschirm gerufen worden sind.

Die aktuelle Position des Cursors auf der Abszisse (Wellenlängenskala) wird links oben in der Statusanzeige im Kopf der Bildschirmanzeige angegeben.
Der zugehörige Ordinatenwert wird oben rechts in der Statusanzeige angegeben.

Wenn mehrere Spektren gleichzeitig dargestellt werden, ist die Cursorfunktion nur auf das zuletzt abgerufene Spektrum anwendbar.

Durch einmaliges kurzes Drücken der CURSOR-Soft-Keys wird der Cursor jeweils um 1 Datenpunkt in Pfeilrichtung versetzt.
Wenn eine CURSOR-Soft-Key gedrückt festgehalten wird, werden die Cursorsprünge von Sprung zu Sprung größer.
Nach Loslassen der Soft Key kann der Cursor wieder punktweise bewegt werden.

Der Cursor kann direkt auf eine bestimmte Wellenlänge im dargestellten Spektrum gesetzt werden, indem die gewünschte Wellenlänge eingetippt und anschließend eine der CURSOR-Soft-Keys gedrückt wird.
Die gesetzte Cursorposition kann von der gewünschten Wellenlänge um etwa 1 Datenpunkt abweichen.

Durch Drücken einer der beiden CURSOR-Soft-Keys wird die noch freie Soft Key mit der Funktion ZOOM X belegt (s. u.).

Die Cursorfunktion ist nicht zugänglich, wenn das abgerufene Spektrum in einem anderen zulässigen Ordinatenmodus als das Originalspektrum auf der Graphikseite dargestellt wird (s. u. Funktion VIEW).

Nach Auslösen der PLOT-Funktion (s. u.) bleibt der Cursorstrich auf der beim Ausdruck geqebenen Position stehen.
Mit erneutem Drücken der CURSOR-Soft-Keys (nach beendetem Ausdruck) wird ein neuer beweglicher Cursorstrich zusätzlich eingeblendet.

Soft Key	Funktion

PLOT*

Ausdrucken des Inhalts der Graphikseite.
Durch Drücken der Soft Key PLOT werden die auf der Graphikseite dargestellten Spektren über den angeschlossenen Drucker ausgedruckt.
Durch die vorhergehende numerische Eingabe 1, 2 oder 3 können drei verschiedene Ausdruckformate gewählt werden.

Eingabe 1 (Default-Einstellung):
Der Ausdruck hat etwa DIN-A5-Format.
Die Abszisse wird auf die volle Seitenbreite gedehnt und hat eine Länge von ca. 17 cm.
Die Ordinate wird in einer Höhe von ca. 6,5 cm abgebildet.
Zwei Ausdrucke dieses Formats passen auf eine Druckerseite.

Eingabe 2:
Der Ausdruck hat DIN-A4-Format.
Die Abszisse wird auf die volle Seitenlänge gedehnt und hat eine Länge von ca. 21 cm.
Die Ordinate wird in einer Höhe von ca. 7,5 cm abgebildet.

Eingabe 3:
Ähnlicher Ausdruck wie bei PLOT-Option 2, jedoch doppelt große Ziffern und doppelte Strichstärke.
Die Ordinate wird in einer Höhe von ca. 13 cm abgebildet.

Die getroffene Formatwahl ist für alle folgenden Ausdrucke gültig. D. h. nach jedem weiteren Drücken von PLOT ohne vorhergehende numerische Eingabe erfolgt der Ausdruck im zuletzt vorgewählten Format.

VIEW*

Abrufen der gespeicherten Spektren zur Anzeige auf dem Bildschirm.
Durch Eintippen der gewünschten Speicheradresse (Spektrennummer), gefolgt vom Drücken der Soft Key VIEW wird das in der betreffenden Spektrendatei gespeicherte Spektrum auf die Graphikseite gerufen.
Die Skalierung von Abszisse und Ordinate wird entsprechend den gegenwärtig gültigen Werten für ORD MIN/MAX und ABSC MIN/MAX angegeben.
Mit Funktion VIEW können alle gespeicherten Spektren, auch zusammen mit zuletzt aufgenommenen Spektren, übereinander dargestellt werden.

Drücken der Soft Key VIEW ohne vorhergehende numerische Eingabe ruft alle gespeicherten Spektren gleichzeitig auf die Graphikseite.

Das Spektrum wird immer in dem Ordinatenmodus dargestellt, der gegenwärtig für ORDINATE MODE (Parameterseite) programmiert ist, und nicht in dem, mit dem das Spektrum ursprünglich aufgenommen worden ist, sofern es in den gegenwärtig gültigen Ordinatenmodus übertragbar ist.

Soft Key	Funktion
VIEW (Forts.)	Die rechnerische Spektrenkonversion ist nur in der Richtung %T → ABS → D1 → D2 → D3 → D4 möglich und nicht umkehrbar. Ein mit %T (Durchlässigkeit) aufgenommenes Spektrum kann in alle anderen Spektrenmoden umgerechnet und angezeigt werden. Ein z. B. mit D2 (2. Ableitung) aufgenommenes Spektrum kann nur in D3 und D4, jedoch nicht in %T, ABS oder D1 umgerechnet werden. Wenn versucht wird, ein Spektrum aufzurufen, dessen Ordinatenmodus nicht in den gegenwärtig aktuellen umgewandelt werden kann, erscheint die Meldung IMPOSSIBLE ORDINATE MODE, PRESS CE/? Die Fehlermeldung durch Drücken der Taste CE/? löschen. Die abgerufenen Spektren werden in den gegenwärtig gültigen Werten für ORD MIN/MAX und ABSC MIN/MAX angezeigt. Daher ist eine Skalendehnung oder -kontraktion sowohl der Ordinate als auch der Abszisse auf die gespeicherten Spektren anwendbar. Beispiel: Das Originalspektrum wurde von 600 nm bis 300 nm aufgenommen. Wenn der gegenwärtig gültige Abszissenbereich von 500 nm bis 350 nm reicht, wird nur dieser Bereich über die geamte Graphikseite gedehnt angezeigt. Wenn der gegenwärtig gültige Abszissenbereich von 400 nm bis 200 nm reicht, wird der Bereich von 400 nm bis 300 nm angezeigt.
PRINT CURSOR	Durch Drücken dieser Soft Key wird der Abszissen- und Ordinatenwert der gegenwärtigen Cursorposition auf die Ergebnisseite übertragen und in die Peaktabelle aufgenommen. Werte, die mit Funktion PRINT CURSOR in die Ergebnisseite übertragen worden sind, werden dort mit <> gekennzeichnet. Wenn mehrere Spektren gleichzeitig dargestellt werden, ist die Funktion PRINT CURSOR nur auf das zuletzt abgerufene Spektrum anwendbar.
CLEAR SCREEN	Durch Drücken dieser Soft Key wird die Graphik vom Bildschirm gelöscht.

Soft Key	Funktion

STORE*

Speichern von bearbeiteten Spektren unter einer bestimmten Speicheradresse.
Durch Eintippen der gewünschten Speicheradresse (Spektrennummer), gefolgt vom Drücken der Soft Key STORE wird ein auf dem Bildschirm mit geänderten Parametern dargestelltes Spektrum in einer neuen Spektrendatei abgelegt.
Ein im adressierten Speicher bereits vorhandenes Spektrum wird dabei überschrieben.

Der Befehl STORE wird vollzogen durch Aktivieren der Funktion VIEW, wobei vor Drücken dieser Soft Key die Speicheradresse des ursprünglichen Spektrums eingegeben werden muß.

Beispiel:

Das Originalspektrum wurde als Extinktionsspektrum (ABS) aufgenommen und ist im Speicher 1 abgelegt.
Es soll über einen bestimmten Spektralbereich als 2. Ableitungsspektrum dargestellt und das abgeleitete Spektrum unter der Speicheradresse (Datei) 2 gespeichert werden.
Dazu vorgehen wie folgt:

1. Parameterseite (PAGE 2) aufrufen,
   in die ORDINATE-MODE-Zeile D2 eingeben,
   gewünschten Spektralbereich (ABSC MIN/MAX) eingeben,
   gewünschten Ordinatenbereich (ORD MIN/MAX) eingeben.
2. Graphikseite (PAGE 4) aufrufen,
   2 eintippen, anschließend Soft Key STORE drücken.
3. 1 eintippen, anschließend Soft Key VIEW drücken.

Das im Speicher 1 abgelegte Extinktionsspektrum wird in ein 2. Ableitungsspektum umgerechnet, dieses auf dem Bildschirm dargestellt und gleichzeitig im Speicher 2 gespeichert.

ZOOM X*

Diese Soft-Key-Funktion wird zugänglich, wenn eine der CURSOR-Soft-Keys gedrückt wird.
Durch Eintippen eines Werts für X, gefolgt vom Drücken der Soft Key ZOOM kann ein bestimmter Teil des angezeigten Spektralbereichs auf den vollen Abszissen-Anzeigebereich der Graphikseite gedehnt dargestellt werden.
Mit der numerischen Eingabe für X werden die beiden Wellenlängenbereiche links und rechts von der aktuellen Cursorposition des ungedehnten Spektrums vorgewählt.
Das 2fache von X sowie die aktuelle Cursorposition ergibt den gesamten Wellenlängenbereich, der nach Aktivieren der ZOOM-Funktion auf der Graphikseite dargestellt wird.

Beispiel:

In einem dargestellten Spektrum von 400 nm bis 700 nm wurde der Cursor auf 536 nm gesetzt.
Durch die numerische Eingabe 10, gefolgt vom Drücken der Soft Key ZOOM wird das Spektrum im Wellenlängenbereich von 526 nm bis 546 nm über den gesamten Anzeigebereich gedehnt dargestellt.

Soft Key	Funktion
ZOOM X (Forts.)	Die ZOOM-Funktion ist nicht zugänglich, wenn das Spektrum in einem anderen zulässigen Ordinatenmodus als das Originalspektrum auf der Graphikseite dargestellt wird. Die ZOOM-Funktion ist auf den gedehnten Bereich selbst so oft wiederholt anwendbar, wie es die gespeicherten Datenpunkte und der eingegebene X-Wert zulassen. Wenn mehrere Spektren gleichzeitig dargestellt werden, ist die ZOOM-Funktion nur auf das zuletzt abgerufene Spektrum anwendbar.

3.7.2. WENN MESSMETHODE TIME DRIVE, WAV PROG, ENZYME ODER SUBSTRATE VORGEWÄHLT IST

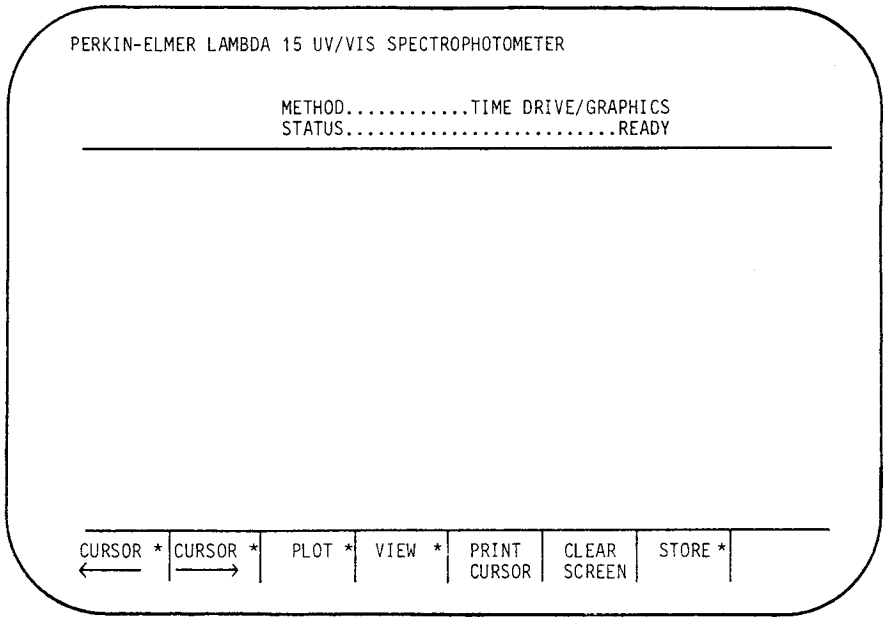


Bild 3-15. Graphikseite bei Messungen mit konstanter Wellenlänge (TIME DRIVE)

Wenn Messungen bei konstanter Wellenlänge (TIME DRIVE, WAV PROG, ENZYME oder SUBSTRATE) programmiert sind, werden auf der Graphikseite die Ordinatenwerte als Funktion der Zeit dargestellt.
Auf der Abszisse werden Minuten aufgetragen.

Soft-Key-Funktionen

Soft Key	Funktion
CURSOR* ←	Analog wie bei Meßmethode SCAN (s. Abschnitt 3.7.1). Durch Drücken dieser Soft Key kann der Cursor auf der Abszisse der Meßsignalgraphik verschoben werden, wenn sie zuvor mit
CURSOR* →	Funktion VIEW auf den Bildschirm gerufen worden ist. Der Ordinaten- und Abszissenwert der aktuellen Cursorposition wird in der Statusanzeige angegeben.
	Durch Eintippen eines bestimmten Zeitwerts aus der angezeigten Zeitachse, gefolgt vom Drücken einer der CURSOR-Soft-Keys wird der Cursor direkt auf den eingegebenen Zeitwert gesetzt.
	Die ZOOM-Funktion ist bei Graphikanzeigen mit der Abszisse als Zeitachse nicht zugänglich.

Soft Key	Funktion
PLOT*	Ausdrucken der auf der Graphikseite dargestellten Meßsignale über den angeschlossenen Drucker. Die Anwendung dieser Soft-Key-Funktion entspricht der bei Meßmethode SCAN (s. Abschnitt 3.7.1).
VIEW*	Abrufen der gespeicherten Meßsignale zur Anzeige auf dem Bildschirm. Die Anwendung dieser Soft-Key-Funktion entspricht der bei Meßmethode SCAN (s. Abschnitt 3.7.1). WICHTIG: Wenn gespeicherte Festwellenlänge-Meßsignalaufzeichnungen mit Funktion VIEW abgerufen werden, wird die Zeitachse (Abszisse) immer so angezeigt, wie sie bei der Meßdatenaufnahme gegeben war. Die gegenwärtig aktuellen Eingabewerte, die bei der Meßdatenaufnahme die Länge der Zeitachse bestimmen, (CYCLES/TIME usw.), werden nicht berücksichtigt. Der Ordinatenanzeigebereich hingegen kann durch Eingaben für ORD MIN/MAX (Parameterseite) variiert werden.
PRINT CURSOR	Durch Drücken dieser Soft Key wird der Abszissen- und Ordinatenwert der gegenwärtigen Cursorposition in die Ergebnisseite übertragen. Zur Unterscheidung von den Werten, die während der Messung automatisch in die Ergebnisseite aufgenommen worden sind, werden die Werte, die mit Funktion PRINT CURSOR übertragen worden sind, in der Ergebnisseite mit <> gekennzeichnet. Während bei der automatischen Ergebnisaufzeichnung zu jedem Meßwert die Zyklusnummer (beim ersten Meßwert die Uhrzeit) angegeben wird, ist bei der Ergebnisausgabe durch Funktion PRINT CURSOR der Zeitwert (vom Beginn der Meßdatenaufnahme an) angegeben, auf den der Cursor gesetzt worden ist.
CLEAR SCREEN	Durch Drücken dieser Soft Key wird die Graphik vom Bildschirm gelöscht.
STORE*	Speichern von bearbeiteten Meßsignalanzeigen unter einer bestimmten Speicheradresse. Die Anwendung dieser Soft-Key-Funktion entspricht der bei Meßmethode SCAN (s. Abschnitt 3.7.1).

4. INBETRIEBNAHME

4.1. ALLGEMEINES

Bevor das Gerät zum ersten Mal in Betrieb genommen wird, sollte sich der Benutzer mit den Betriebselementen vertraut gemacht und sich über die prinzipiellen Grundlagen der Messungen informiert haben.

4.2. INBETRIEBNAHME

WICHTIG: Vergewissern Sie sich vor dem Einschalten des Spektrometers, daß sich keine Proben oder Gegenstände in den Küvettenhaltern oder in den Strahlengängen im Probenraum befinden. Absorbierende Proben können die automatische Wellenlängenkalibrierung stören.

Das Spektrometer in Betrieb setzen wie folgt:

1) Spektrometer an das Stromnetz anschließen wie im Kapitel 2 beschrieben.

2) Drucker einschalten.

3) Netzschalter (Schalter POWER) des Spektrometers auf 'ON' stellen. Warten bis auf dem Bildschirm in der STATUS-Zeile die Meldung READY erscheint.
Auf dem Bildschirm wird die Methodenseite präsentiert.
Der Zeilenmarker steht auf DATE (Datum).

4) Datum und Uhrzeit jeweils über das numerische Tastenfeld eintippen und durch Drücken der entsprechenden Soft Key eingeben:
Jahr (YEAR); Monat (MONTH); Tag (DAY);
Stunde (HOURS); Minuten (MINUTES).

5) Perforationslinie des Endlos-Druckerpapiers am metallenen Abreißlineal ausrichten (vgl. Abschnitt 2.6.2).

4.3. STRAHLUNGSQUELLEN

Wenn eine der Strahlungsquellen längere Zeit nicht benötigt wird, ist es wegen der Lebensdauer der Lampen empfehlenswert, diese auszuschalten. Wird eine Lampe neu eingeschaltet, sollte eine Stabilisierungszeit von 2 bis 3 Minuten eingehalten werden.

Ein-/Ausschalten der Strahlungsquellen:

1) Parameterseite durch Betätigen der Taste PAGE auf den Bildschirm rufen.

2) Zeilenmarker durch Betätigen der Taste LINE auf Zeile LAMP setzen.

3) Die Soft Key drücken, die für die Lampe steht, die eingeschaltet bleiben soll.

4) Sollen beide Lampen (UV und VIS) dauernd eingeschaltet bleiben, Soft Key AUTO LAMP drücken.

5. ROUTINEBETRIEB

5.1. PARAMETEREINGABE

Die Parametereingabe erfolgt bei allen Meßmethoden auf dieselbe Weise. Nach der Auswahl der Meßmethode (TIME DRIVE, SCAN usw.) werden die zugehörigen Geräteparameter automatisch auf der Parameterseite präsentiert.

1) Spektrometer in Betrieb setzen wie im Abschnitt 4.2 beschrieben.

2) Gewünschte Meßmethode auf der Methodenseite (PAGE 1) vorwählen.
   Dazu den Zeilenmarker durch Betätigen der Taste LINE auf die gewünschte Meßmethode setzen.

3) Gewünschten Probenzuführungsmodus vorwählen.
   Dazu die betreffende Soft Key auf der Methodenseite drücken
   bzw. den gegebenen Probenzuführungsmodus beibehalten.
   Der gegenwärtig gültige Probenzuführungsmodus wird in der METHOD-Zeile auf dem Bildschirm angezeigt.

4) Taste PAGE drücken und dadurch die Parameterseite (PAGE 2) der gewählten Meßmethode mit dem gewählten Probenzuführungsmodus aufrufen.

5) Die einzelnen Parametereinstellungen durch Betätigen der entsprechenden Soft Keys eingeben.
   Die gewählten Parametereinstellungen werden jeweils in den Parameterzeilen angezeigt.
   Durch Drücken der Taste LINE wird der Zeilenmarker jeweils um eine Parameterzeile weiter gesetzt.
   Durch Eintippen einer bestimmten Parameterzeile, gefolgt vom Drücken der Taste LINE wird der Zeilenmarker direkt auf die betreffende Parameterzeile gesetzt.

6) Die gegenwärtig aktuellen Parametereinstellungen können auf Wunsch ausgedruckt werden, indem zunächst
   1 eingetippt, anschließend Taste PAGE gedrückt wird
   (Aufrufen der Methodenseite),
   dann die Soft Key PRINT METHOD gedrückt wird.

```
PERKIN-ELMER
LAMBDA 17 UV/VIS SPECTROPHOTOMETER
DATE  86-06-23  09:58

SAMPLE ID ..............................

OPERATOR ..............................
METHOD                              SCAN/MANUAL

 01 ORDINATE MODE                          ABS

 02 SLIT                                 2 NM

 03 SCAN SPEED                       60 NM/MIN

 04 RESPONSE                           0.5 S

 05 LAMP                             332.8 NM

 06 CYCLES/TIME                1 /  0.05 MIN

 07 PEAK THRESHOLD                   0.02  A

 08 RECORDER                             ON

 09 ORD MIN/MAX                0.000 / 1.000

 10 ABSC MIN/MAX               450.0 / 650.0

 11 MEMORIZE  A/FILES6/MEM1/SPTR3/ADD2

 12 PRINTER          /PLOT /SCREEN/METHOD
```

Bild 5-1. Beispiel für den Ausdruck der Parameterseite (PRINT METHOD bzw. AUTO METHOD)

5.2. MESSMETHODE TIME DRIVE

5.2.1. %TRANSMISSION ODER EXTINKTION

1. Inbetriebnahme des Instruments wie in Abschnitt 4.2 beschrieben.

2. Eingabe der gewünschten Ordinateneinheit (%T oder ABS) und Vorgabe der restlichen Parameterwerte.

3. Monochromator auf die gewünschte Wellenlänge fahren. Dies geschieht durch Eingabe der Wellenlänge über das numerische Tastenfeld und Drücken der Taste GO TO λ.

4. Zwei gleichartige Küvetten mit Blindlösung in die Halter im Probenraum einsetzen und Deckel schließen.

5. Taste BACK CORR zweimal betätigen, um Ordinatenanzeige auf 100 %T bzw. 0 E zu bringen.

6. Küvette mit Blindlösung aus dem Probehalter entleeren. Nach Spülen mit Probelösung füllen und in den Probehalter einsetzen. Probenraumdeckel schließen.

7. Ergebnisseite durch Betätigen der Taste PAGE abrufen. Probenummer durch Betätigen des Soft Keys NEXT SAMPLE eingeben und Taste RUN drücken, um die Messung zu starten. Gleichzeitig werden die Meßdaten auf die Ergebnisseite übertragen.

5.2.2. KONZENTRATION

Wird eine bestimmte Analyse erstmalig nach der Konzentrationsmethode durchgeführt, sollte wie unten näher beschrieben vorgegangen werden. Weitere Informationen über die Wahl der Standardkonzentrationen sowie der Anzahl der Standards werden in Abschnitt 7.6 gegeben.

5.2.2.1. Ein-Standard-Kalibrierung

1. Inbetriebnahme des Instruments wie in Abschnitt 4.2 beschrieben.

2. Vorgabe der gewünschten Meßeinheit (CONC) und Eingabe der restlichen Parameterwerte (außer K-FACT Zeile).

3. Monochromator auf die gewünschte Wellenlänge fahren. Dies geschieht durch Eingabe der Wellenlänge über das numerische Tastenfeld und Drücken der Taste GO TO λ.

4. Zwei gleichartige Küvetten mit Blindlösung in die Halter im Probenraum einsetzen und Deckel schließen.

5. Taste BACK CORR zweimal betätigen, um die Ordinatenanzeige auf 0 zu setzen.

6. Eine Standardlösung herstellen, deren Konzentration etwa im Bereich der zu analysierenden Probe liegt.
Küvette mit Blindlösung aus dem Probehalter entleeren. Nach Spülen mit Standardlösung füllen und in den Probehalter einsetzen. Probenraumdeckel schließen.

7. Den gegebenen Konzentrationswert der Standardlösung über das numerische Tastenfeld eintasten und Soft Key STD A betätigen.
Der errechnete Konzentrationsfaktor erscheint auf der Zeile K-FACT.

8. Standardlösung aus der PROBE-Küvette entfernen und nach dem üblichen Spülen die erste Probe einfüllen. Probenraumdeckel schließen.

9. Durch Betätigen der Taste PAGE Ergebnisseite abrufen und Probenummer über Soft Key NEXT SAMPLE eingeben.
Taste RUN betätigen, um die Messung zu starten. Die Meßdaten erscheinen auf der Ergebnisseite.

5.2.2.2. Zwei-Standard-Kalibrierung

1. Zunächst verfahren wie in Abschnitt 5.2.2.1 Pkt. 1 - 7 beschrieben.

2. Eine zweite Standardlösung herstellen, deren Konzentration höher ist als die der ersten Standardlösung. Küvette mit der Lösung füllen und in den Probehalter einsetzen. Probenraumdeckel schließen.

3. Den gegebenen Konzentrationswert der Standardlösung über das numerische Tastenfeld eintasten und Soft Key STD B betätigen.

4. Weiter verfahren wie in Abschnitt 5.2.2.1 Pkt. 8 und 9 beschrieben.

5.2.2.3. Konzentrationsmessung mit Faktoreingabe

Bei bekanntem Umrechnungsfaktor für die Konzentration einer bestimmten Analyse kann die Konzentration der Proben jederzeit direkt bestimmt werden. Die Herstellung eines Eichstandards und die der Messung vorausgehende Kalibrierung können entfallen. Der Faktor kann für spätere Messungen gespeichert werden. Daher ist es empfehlenswert, die Umrechnungsfaktoren für die verschiedenen Analysen mit einer entsprechenden Eichlösung einmal richtig zu bestimmen und dann die Faktoren im Labor aufzuzeichnen.

1. Zunächst verfahren wie im Abschnitt 5.2.2.1 Pkt. 1 - 5 beschrieben.

2. Konzentrationsfaktor eingeben und Soft Key K-FACT betätigen.

3. Küvette mit Blindlösung aus dem Probehalter entleeren. Nach Spülen mit Probelösung füllen und in den Probehalter einsetzen. Probenraumdeckel schließen.

4. Durch Betätigen der Taste PAGE Ergebnisseite abrufen und Probenummer über Soft Key NEXT SAMPLE eingeben.

5. Taste RUN betätigen, um die Messung zu starten. Die Meßdaten erscheinen auf der Ergebnisseite.

5.3. BASISLINIENKORREKTUR

Es ist ratsam, zu Beginn einer Arbeitsperiode einen Korrekturlauf vorzunehmen. Dieser Lauf wird normalerweise gegen "Luft" vorgenommen und dient dazu, die spezifische Basislinie des Spektrometers zu speichern.

Der Korrekturlauf kann auch mit einer bestimmten Küvette in einem bestimmten Halter vorgenommen werden, um für diese spezifische Anordnung eine Basislinie abzuspeichern. Um Fehler zu vermeiden, sollten die folgenden Messungen mit der gleichen Küvette im gleichen Halter vorgenommen werden.

Die Basislinienkorrektur wird initiert, indem die Taste BACK CORR und anschließend die Taste RUN betätigt wird. Die Spektrometrischen Bedingungen, unter denen die Basislinie gespeichert wird, sind auf der Parameterseite angegeben. Es ist empfehlenswert, die gleichen Bedingungen sowohl für die Basislinienkorrektur als auch für spätere Messungen vorzugeben.

5.4. MESSMETHODE SCAN

1. Inbetriebnahme des Instruments wie in Abschnitt 4.2 beschrieben.

2. Vorgabe der gewünschten Ordinateneinheit (%T, ABS oder DERIV) und Vorgabe der restlichen Parameterwerte.

3. Wenn erforderlich, zwei gleichartige Küvetten gefüllt mit Blindlösung vorbereiten und in die Halter im Probenraum einsetzen. Probenraumdeckel schließen.

4. Taste BACK CORR und anschließend RUN betätigen, um die Basislinienkorrektur zu starten. Zyklus abwarten.

5. Küvette mit Blindlösung aus dem Probehalter entnehmen. Küvette entleeren und nach dem üblichen Spülen mit Probelösung füllen. Küvette in Probehalter einsetzen und Probenraumdeckel schließen.

6. Taste RUN betätigen, wodurch die Messung gestartet wird.

5.5. MESSMETHODE WAVELENGTH PROGRAMMER

1. Inbetriebnahme des Instruments wie in Abschnitt 4.2 beschrieben.

2. Vorgabe der gewünschten Ordinateneinheit (%T oder ABS) und Vorgabe der restlichen Parameterwerte.

3. Wenn erforderlich, zwei gleichartige Küvetten gefüllt mit Blindlösung vorbereiten und in die Halter im Probenraum einsetzen. Probenraumdeckel schließen.

4. Taste BACK CORR und anschließend RUN betätigen, um die Basislinienkorrektur zu starten. Zyklus abwarten.

5. Küvette mit Blindlösung aus dem Probehalter entnehmen. Küvette entleeren und nach dem üblichen Spülen mit Probelösung füllen. Küvette in Probehalter einsetzen und Probenraumdeckel schließen.

6. Durch Betätigen der Taste PAGE Ergebnisseite abrufen und Probenummer über Soft Key NEXT SAMPLE eingeben.

7. Taste RUN betätigen, um die Messung zu starten.
   Die Meßdaten erscheinen auf der Ergebnisseite.

5.6. MESSMETHODE ENZYME

Informationen über Vorbereitung von Proben, Substrat usw. und Einzelheiten der Standardverfahren für kinetische Bestimmungen entnehmen Sie bitte der einschlägigen Literatur.

WICHTIG: Vergewissern Sie sich vor dem Einschalten des Spektrometers, daß sich keine Proben in den Strahlengängen befinden. Absorbierende Proben können die automatische Wellenlängenkalibrierung stören.

1) Spektrometer in Betrieb setzen wie im Abschnitt 4.2 beschrieben.

2) Durch Betätigen der Taste LINE den Zeilenmarker auf Meßmethode ENZYME setzen.

3) Falls mit einem automatischen Probenzubehör wie z. B. dem Automatischen Küvettenwechsler gearbeitet werden soll, die entsprechende Soft Key drücken.

4) Durch Drücken der Taste PAGE die Parameterseite aufschlagen.
Alle für die Enzymbestimmung erforderlichen Parametereinstellungen eingeben.

5) Monochromator mit Funktion GO TO λ auf die für die Bestimmung benötigte Meßwellenlänge einstellen.

6) Küvette mit vorbereiteter Probenlösung in den PROBE-Küvettenhalter einsetzen.
Falls ein thermostatisierbarer Küvettenhalter verwendet wird, warten bis die Probe temperaturkonstant ist.

7) Enzymreaktion starten.
Probenraumdeckel schließen.
Taste RUN/STOP drücken und dadurch die Messung starten.

Der Verlauf der Reaktion wird entsprechend den gewählten Vorgaben für ORD MIN/MAX und CYCLES/TIME auf der Graphikseite dargestellt.
Die Meßresultate werden entsprechend der vorgewählten Eingabe für DISPLAY MODE auf der Ergebnisseite präsentiert.

5.7. MESSMETHODE SUBSTRATE

Informationen über Vorbereitung von Proben, Substrat usw. und Einzelheiten der Standardverfahren für kinetische Bestimmungen entnehmen Sie bitte der einschlägigen Literatur.

WICHTIG: Vergewissern Sie sich vor dem Einschalten des Spektrometers, daß sich keine Proben in den Strahlengängen befinden. Absorbierende Proben können die automatische Wellenlängenkalibrierung stören.

1) Spektrometer in Betrieb setzen wie im Abschnitt 4.2 beschrieben.

2) Durch Betätigen der Taste LINE den Zeilenmarker auf Meßmethode SUBSTRATE setzen.

3) Falls mit einem automatischen Probenzubehör wie z. B. dem Automatischen Küvettenwechsler gearbeitet werden soll, die entsprechende Soft Key drücken.

4) Durch Drücken der Taste PAGE die Parameterseite aufschlagen.
Alle für die Substratbestimmung erforderlichen Parametereinstellungen eingeben.

5) Monochromator mit Funktion GO TO λ auf die für die Bestimmung benötigte Meßwellenlänge einstellen.

6) Küvette mit vorbereiteter Probenlösung in den PROBE-Küvettenhalter einsetzen.
Probenraumdeckel schließen.
Falls ein thermostatisierbarer Küvettenhalter verwendet wird, warten bis die Probe temperaturkonstant ist.

7) Taste RUN/STOP drücken.
In der STATUS-Zeile blinkt die Meldung WAIT (Warten).
Das Spektrometer mißt den Anfang-Extinktionswert.

8) Kinetische Reaktion starten.
Probenraumdeckel schließen.
Taste RUN/STOP nochmals drücken.
In der STATUS-Zeile blinkt die Meldung BUSY.

Der Verlauf der Reaktion wird entsprechend den gewählten Vorgaben für ORD MIN/MAX sowie REACTION TIME und CYCLES/TIME auf der Graphikseite dargestellt.
Die Meßresultate werden entsprechend der vorgewählten Eingabe für DISPLAY MODE auf der Ergebnisseite präsentiert.

6. INSTANDHALTUNG UND LEISTUNGSPRÜFUNG

6.1. SICHERHEITSHINWEISE

Es sind die Sicherheitshinweise auf der rosa Seite am Anfang des Gerätehandbuchs zu beachten. Spezielle Sicherheitshinweise sind weiterhin den einzelnen Kapiteln zugeordnet.

Besondere Aufmerksamkeit ist folgenden Punkten zu schenken:

UV-Lampe

Ohne Augenschutz nicht in die eingeschaltete UV-Lampe schauen.
GEFAHR FÜR DIE AUGEN. Schutzbrille tragen.

Bildschirm und Röntgenstrahlung

Dieses Gerät hat eine Kathodenstrahl-Röhre (CRT). Seitens des Herstellers wird eine strenge Kontrolle der CRT gegen Röntgenstrahlung vorgenommen. Der Austausch von Komponenten der CRT soll nur vom Perkin-Elmer Kundendienst vorgenommen werden. Es dürfen nur vom Hersteller spezifizierte Komponenten Verwendung finden.

Hohe Spannungen

Hohe Spannungen können an bestimmten Leiterplatten und der CRT im Bildschirmteil des Geräts auftreten.

6.2. TÄGLICHE PFLEGE

Das Spektrophotometer ist ein aus hochwertigen Bauteilen sorgfältig konstruiertes Gerät. Es benötigt geringe Wartung bis auf sorgfältigste Sauberkeit und Staubfreiheit.

Die Lackierung ist resistent gegen verdünnte Säuren und Laugen, aromatische und aliphatische Lösemittel und etwas weniger widerstandsfähig gegen Ketone und konzentrierte Säuren und Laugen.

Um das optische System vor Staub zu schützen, sollten die Probenraumfenster immer im Gerät belassen bleiben und der Probenraumdeckel geschlossen sein, wenn darin keine Arbeit auszuführen ist.

Folgende Maßnahmen bilden eine Routinepflege und sollen das Gerät in gutem Zustand erhalten:

Flächen, die mit verspritzten oder verschütteten Substanzen in Berührung kamen, sofort reinigen und mit einem fusselfreien weichen Tuch oder Papier trocken wischen. Werden die Probenraumfenster abgewischt, Kratzer vermeiden. Die Fenster erfordern die gleiche Sorgfalt wie die Küvetten.

Proben nicht länger als unbedingt nötig im Probenraum belassen, insbesondere solche, die leicht verdampfen oder korrosive Gase entwickeln.

Wenn das Gerät über Nacht oder über längere Zeit unbenutzt stehen bleibt, die Staubschutzhülle verwenden.

Falls ein automatisches Probensystem eingebaut ist und Teile davon über Nacht im Probenraum verbleiben sollen, sicherstellen, daß das System am Ende des Arbeitstages gereinigt ist. Allgemein sollten solche Systeme mit entionisiertem Wasser gefüllt werden, falls sie nicht über Nacht benützt werden.

WARNUNG: Werden mit Lösungen gefüllte Küvetten, Bechergläser usw. auf das Spektrophotometer gestellt, zeugt dies von schlechter Labortechnik. Gelangt verschüttete Lösung in das elektronische und/oder optische System, kann dies zu Beschädigungen und hohen Reparaturkosten führen.

6.3. REINIGUNG DES PROBENRAUMS

Der Probenraum soll sofort nach Verschütten einer Lösung gereinigt werden, damit der mattschwarze Anstrich erhalten bleibt und Korrosion und Kontamination ausgeschlossen sind. Der Boden des Probenraums ist mit einem Abfluß versehen, damit verschüttete Flüssigkeit ablaufen kann. Daher ist es empfehlenswert, unter das Gerät ein dickes Filterpapier oder ein saugfähiges Tuch zu legen.

Zuerst den Küvettenhalter oder anderes Probenzubehör aus dem Probenraum entfernen.

Mit einem weichen Tuch und Seifenwasser werden alle Verunreinigungen durch leichtes Reiben entfernt. Mit einem sauberen Tuch und klarem Wasser sorgfältig nachspülen und mit einem fusselfreien Tuch oder Papier trockenreiben.

Küvettenhalter auf entsprechende Weise reinigen.

Soll die Grundplatte entfernt werden, die vier Halteschrauben lösen und die Platte herausnehmen.

Säubern wie oben beschrieben. Platte wieder einsetzen und Halteschrauben festdrehen.

WARNUNG: Bevor die Grundplatte entfernt wird, Gerät ausschalten und Netzstecker ziehen.

6.4. WECHSEL DER SICHERUNGEN

Die Sicherungen für die Netzstromversorgung sind auf der Rückseite des Spektrometers Pos. 12 und der Computereinheit Pos. 1 (siehe Abschnitt 2.8) untergebracht.

Zum Wechsel der Sicherungen Netzanschluß am Spektrometer oder Computereinheit entfernen und die darüber befindliche Schubeinheit herausziehen. Die Sicherung ist somit frei zugänglich und kann ausgetauscht werden.

Sicherung für 220 V Netzanschluß, 4 A träge
Bestell-Nr. 008 626

Sicherung für Spektrometer 220 V, 3.15 A träge
Bestell-Nr. 061 975

Schubeinheit schließen und Netzanschluß wieder herstellen.

6.5. AUSTAUSCH DER LICHTQUELLEN

6.5.1. ALLGEMEINES

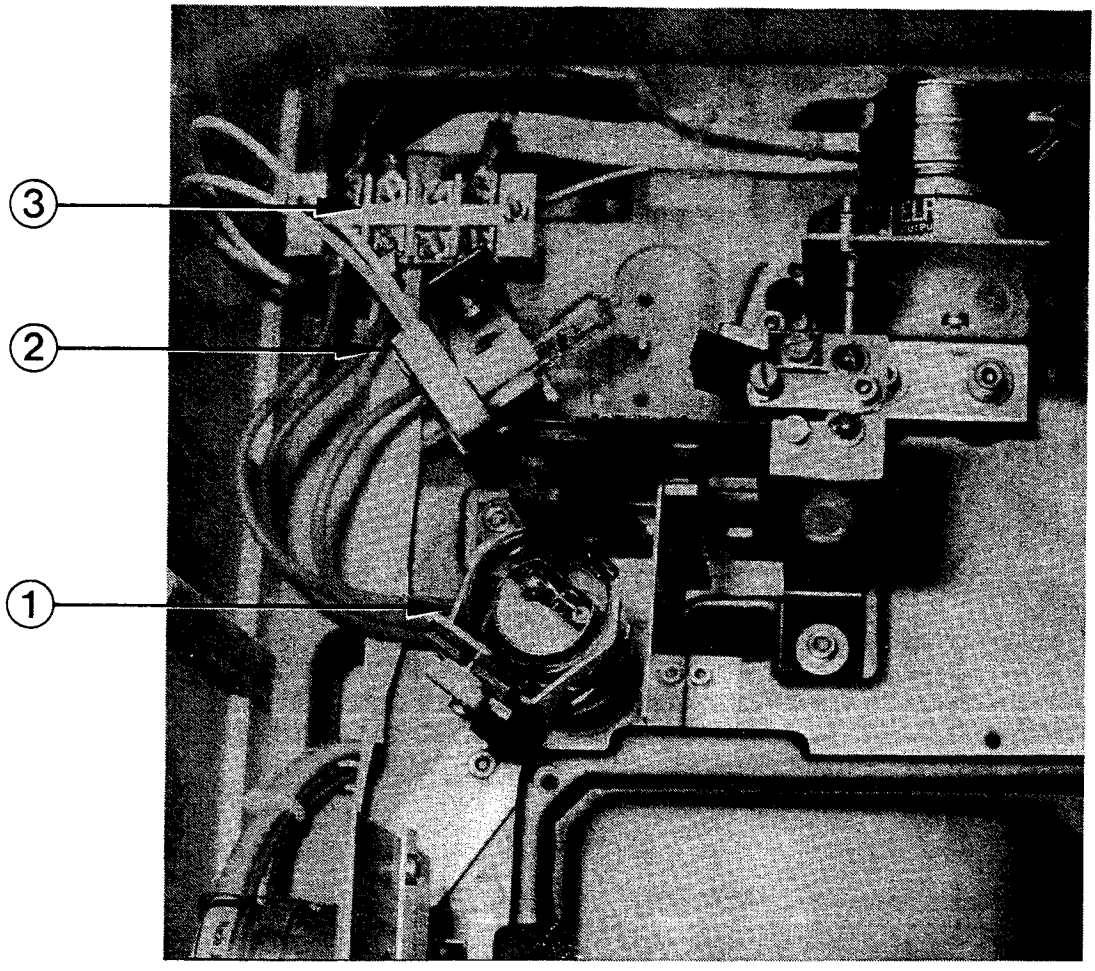
Für die folgenden Erläuterungen zum Wechsel der Lichtquellen sind folgende Sicherheitshinweise zu beachten.

WARNUNG: Vor Lampenwechsel Spektrophotometer ausschalten und Netzstecker ziehen. Bei eingeschaltetem Gerät niemals die Klemmleistenabdeckung entfernen oder stromführende Drähte bewegen oder lösen.

Ohne Augenschutz nicht in die eingeschaltete UV-Lampe schauen. GEFAHR FÜR DIE AUGEN. Schutzbrille tragen.

Die eingeschalteten Lampen sind sehr heiß. Vor dem Austausch abkühlen lassen.

Lampe vor Verschmutzung, Verkratzen und Fingerabdrücke schützen.



1 Deuteriumlampe, vorjustiert

2 Wolfram-Halogenlampe, vorjustiert

3 Klemmleiste
(Bei neueren Modellen ist die Klemmleiste zum Anschluß der Deuteriumlampe durch einen Steckkontakt ersetzt.)

Bild 6-1. Anordnung der Strahlungsquellen

6.5.2. HALOGENLAMPE

Ausgebrannte oder durch lange Benutzung geschwärzte Lichtquellen müssen ausgetauscht werden. Ersatzlampen (Bestell-Nr. 114 620) werden vorjustiert mit Halterung geliefert.

1) Nach Öffnen des Spektrometers weißen Keramikstecker von der Lampe ziehen.

2) Rändelschraube lösen und alte Lampe vertikal nach oben herausnehmen.

3) Die Ersatzlampe vorsichtig auspacken und nur an der Metall-Halterung anfassen. Glaskörper nicht mit den Fingern berühren.

4) Neue Lampe mit Halterung von oben einführen, so daß die untere Bohrung über den Zentrierstift am Halter paßt.

5) Sicherstellen, daß dabei die Rändelschraube in den Schlitz eingeführt ist. Danach Rändelschraube festziehen.

6) Danach den Keramikstecker vorsichtig aufschieben.

7) Den Lampenkolben mit einem weichen, in Alkohol getränktem Tuch, abwischen, damit eventueller Schmutz nicht einbrennt.

Zum Abschluß der Arbeit den Deckel des Photometerteiles schließen.

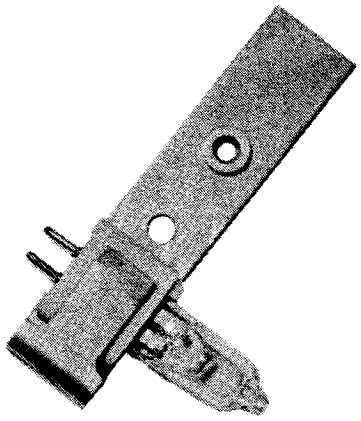


Bild 6-2. Vorjustierte Halogenlampe (114 620)

6.5.3. DEUTERIUMLAMPE

Die Deuteriumlampe sollte ausgetauscht werden, wenn sie nach längerer Betriebszeit zu geringe Intensität aufweist oder durchgebrannt ist. Ersatz-Deuteriumlampen werden ebenfalls auf vorjustierten Halterungen geliefert (Bestell-Nr. 160 917).

HINWEIS: An dem roten Anschlußkabel der Deuteriumlampe ist ein in durchsichtigen Kunststoff eingegossener Betriebsstundenzähler angebracht.
Mit Hilfe der Lücke zwischen den beiden Anzeigestiften kann auf der Anzeigeskala (0 bis 20) die Summe der Stunden abgelesen werden, in denen die Lampe eingeschaltet war.
1 Skalenstrich entspricht ca. 100 Stunden.
Nach einer Gesamtbetriebsdauer von ca. 2000 Stunden weist die Deuteriumlampe noch über 50 % ihres ursprünglichen Strahlungsflusses auf (bei 280 nm).

Der Lampenkörper besteht aus synthetischem Quarz, wodurch am kurzwelligen Ende des UV-Bereichs eine bessere Strahlungsdurchdurchlässigkeit erzielt wird.

Den Austausch der Deuteriumlampe durchführen wie folgt:

1) Spektrometer ausschalten und öffnen.

2) Steckkontakt an den Anschlußleitungen der eingebauten Deuteriumlampe herausziehen.

3) Rändelschraube, mit der die Deuteriumlampe befestigt ist, lösen und die Lampe herausnehmen.

4) Ersatzlampe auspacken und nur an der Metallhalterung anfassen.

   WICHTIG: Vermeiden Sie das Berühren des Quarzrohrs mit der bloßen Hand! Dies verursacht Flecke, die beim Betrieb der Lampe in das Quarz einbrennen.

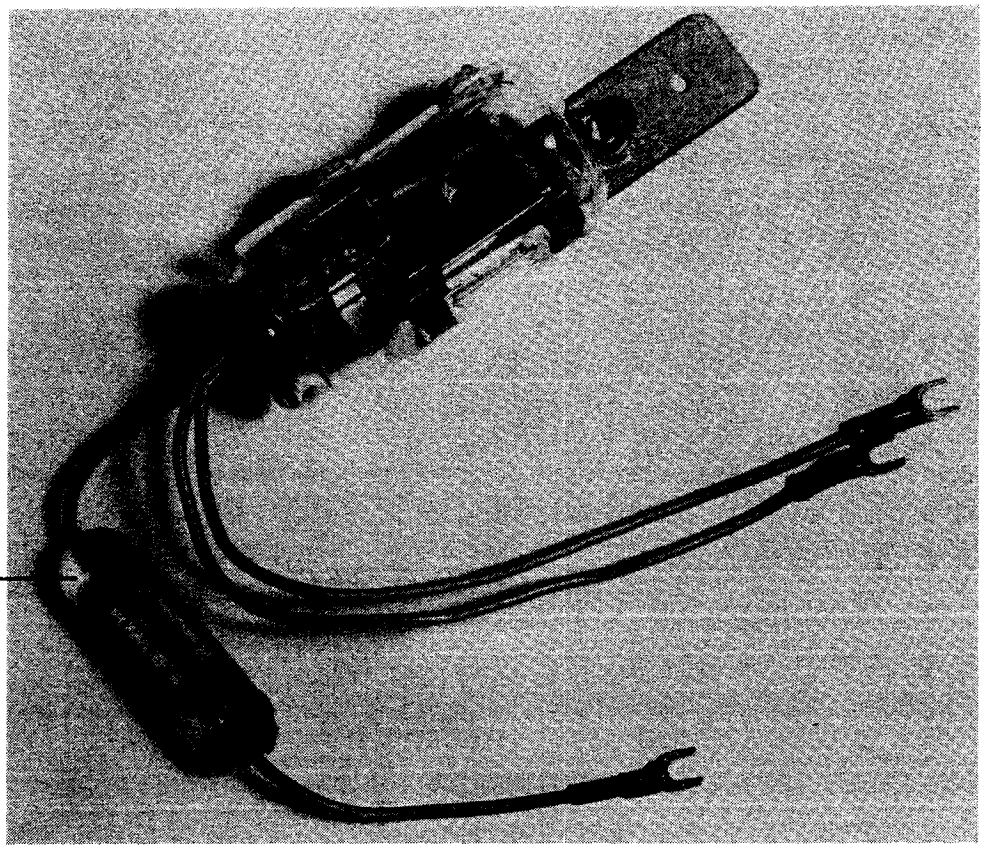
5) Neue Lampe mit Halterung von oben einführen, so daß die untere Bohrung über den Zentrierstift am Halter paßt.

6) Vergewissern Sie sich, daß die Halterung richtig sitzt und die Rändelschraube richtig in den Schlitz eingeführt ist.
   Danach die Rändelschraube festdrehen.

7) Lampenstecker am Steckkontakt anschließen.
   Achten Sie darauf, daß der Lampenstecker richtig orientiert ist, bevor Sie ihn einstecken.
   Versuchen Sie keinesfalls, den Lampenstecker mit Gewalt einzustecken.

8) Eventuellen Staub oder Berührungsflecke mit einem weichen sauberen, mit Alkohol getränktem Tuch abwischen, um Einbrennflecke in dem Quarzkörper zu vermeiden.

9) Abdeckung des Photometerteils wieder nach unten klappen.



1 Betriebsstundenzähler

(Das Bild zeigt eine Deuteriumlampe älterer Ausführung (114 615). Neuere Deuteriumlampen (160 917) sind anstelle der Kabelschuhe mit einem Steckkontakt ausgestattet.)

Bild 6-3. Vorjustierte Deuteriumlampe

6.6. LAMPENJUSTAGE

Für die Mehrzahl der Anwendungen sind die Lampen nach erfolgtem Einbau ausreichend justiert und gewährleisten eine zufriedenstellende Energie der Strahlung. Wird die Strahlungsenergie jedoch zu gering, z. B. durch Verkleinerung des Strahlungsquerschnitts bei Verwendung von Mikroküvetten, kann durch eine Feinjusierung die Energieausbeute verbessert werden.

Eine eventuell erforderliche Feinjustierung der Lampen durchführen wie folgt:

1) Spektrometer einschalten und Ende der Einschaltroutine abwarten.

2) Gehäuseoberteil des Spektrometers öffnen.

> WARNUNG: Entfernen Sie keinesfalls die Klemmleistenabdeckung der Lampen. Berühren Sie keine Drähte und stromführenden Teile. Versuchen Sie nicht, Drähte zu lösen.
>
> Schauen Sie nicht mit ungeschützten Augen direkt in die eingeschalteten Lampen. GEFÄHRDUNG DER AUGEN durch die intensive Strahlung, besonders durch die UV-Strahlung der Deuteriumlampe.
>
> Die eingeschalteten Lampen sind sehr heiß. VERBRENNUNGSGEFAHR.

3) Mit Funktion GO TO λ den Monochromator
auf 450 nm fahren, wenn die Halogenlampe brennt bzw.
auf 220 nm fahren, wenn die Deuteriumlampe brennt.

4) Durch Betätigen der Taste PAGE die Methodenseite auf den Bildschirm rufen, anschließend den Zeilenmarker auf SCAN MANUAL setzen.

5) Durch Betätigen der Taste PAGE die Parameterseite auf den Bildschirm rufen, anschließend Soft Key SINGLE BEAM drücken (ORDINATE MODE).

6) Durch Betätigen der Taste LINE den Zeilenmarker auf die Zeile SLIT/GAIN setzen.
Anschließend eine Spaltbreite von 2 nm durch Betätigen der entsprechenden Soft Key eingeben.

7) Zeilenmarker auf Zeile LAMP setzen.
Soft Key VIS drücken, um die Halogenlampe einzuschalten bzw.
Soft Key UV drücken, um die Deuteriumlampe einzuschalten.

8) Zeilenmarker nochmals auf Zeile SLIT/GAIN setzen.
Anschließend über das numerische Tastenfeld und durch Drücken der Soft Key GAIN einen Wert eingeben, der eine Energieanzeige (Ordinate) von ca. 50 relativen Energieeinheiten bewirkt.

   ANMERKUNG: Bei einer Energieanzeige größer als 100 ist der Photomultiplier überlastet.
   Daher kann es erforderlich werden, die Vorgaben für die Verstärkung (GAIN) zu reduzieren.

9) Die beiden Schrauben an der Lampenhalterung mit einem Sechskant-Stiftschlüssel, 2,5 mm, so weit lösen, daß die Einheit auf und ab bewegt werden kann.
Lampeneinheit vorsichtig so verschieben, bis eine maximale Energieanzeige erreicht wird.
Anschließend beide Schrauben wieder festdrehen.

10) Die beiden Schrauben, mit denen die Lampenhalterung am Boden befestigt ist, mit einem Sechskant-Stiftschlüssel, 3,5 mm, so weit lösen, daß die Halterung gedreht werden kann.
Halterung vorsichtig so drehen, bis eine maximale Energieanzeige erreicht wird.
Anschließend beide Schrauben wieder festdrehen.

11) Falls erforderlich, die zuvor beschriebenen Justierschritte so oft wiederholen, bis die maximal erreichbare Energieanzeige erzielt wird.

6.7. WELLENLÄNGENPRÜFUNG UND -JUSTIERUNG

6.7.1. ALLGEMEINES

Es gibt viele Methoden zur Überprüfung der Wellenlängenjustierung von Spektrometern. Als genaueste gilt die Verwendung einer schmalen Emissionslinie in dem interessierenden Spektralbereich.
Die dazu verwendeten Strahler sind Niederdruck-Quecksilber-Entladungslampen und Deuteriumlampen.
Eine Wellenlängenjustierung kann auch mit Hilfe geeigneter Filter (z. B. Holmiumoxidglas) oder Lösungen (z. B. Holmiumchloridlösung) durchgeführt werden.

Man sollte zur Wellenlängenjustierung nur isolierte Spektrallinien oder schmale symmetrische Absorptionsbanden heranziehen.

6.7.2. WELLENLÄNGENJUSTIERUNG MIT DEUTERIUMLAMPE

Innerhalb der Einschaltroutine führt das Spektrometer mit der Deuterium-Emissionslinie bei 656,1 nm selbsttätig eine Wellenlängenjustierung durch. Gelegentlich kann es jedoch erforderlich sein, die Wellenlängenjustierung bei dieser Linie manuell zu überprüfen und ggf. zu korrigieren.
Dazu vorgehen wie folgt:

1) Vergewissern Sie sich, daß beide Strahlengänge frei sind.

2) Monochromator auf 656,1 nm fahren.

3) Methodenseite (PAGE 1) aufrufen und SCAN/MANUAL vorwählen.

4) Parameterseite (PAGE 2) aufrufen und Spektrometer auf Betriebsart SINGLE BEAM einstellen.
Die weiteren Parameter einstellen wie im Bild 6-4 angegeben.

5) Für GAIN (Parameterzeile SLIT/GAIN) einen Wert eingeben, mit dem eine Energieanzeige zwischen 60 und 90 relativen Energieeinheiten erreicht wird.

6) Graphikseite (PAGE 4) auf den Bildschirm rufen.

7) Taste RUN/STOP drücken und dadurch die Aufnahme der Emissionslinie starten.

8) Nach beendeter Spektrenaufnahme den gespeicherten Spektralbereich auf die Graphikseite rufen.
Dazu 1 eintippen, anschließend Soft Key VIEW drücken.

9) Durch Betätigen der Soft Keys CURSOR den Strichcursor auf das Peakmaximum (Maximum der Ordinatenanzeige) setzen und die Wellenlänge vom Bildschirm ablesen.
Das Peak-Maximum sollte bei 656,1 +/-0,3 nm liegen.

10) Falls der spezifierte Wert für die Wellenlängengenauigkeit nicht erreicht wird, das Spektrometer aus- und wieder einschalten.
Dadurch führt das Gerät automatisch eine Rejustierung durch.

```
PERKIN-ELMER
LAMBDA 15 UV/VIS SPECTROPHOTOMETER
DATE  86-06-27  08:51

SAMPLE ID ..Deuteriumlampe.....

OPERATOR ..............................
METHOD                          SCAN/MANUAL

 01 ORDINATE MODE            SINGLE BEAM

 02 SLIT/GAIN                 1 NM /  8.5

 03 SCAN SPEED                  30 NM/MIN

 04 RESPONSE                          0 S

 05 LAMP                             UV

 06 CYCLES/TIME             1 /  0.05 MIN

 07 PEAK THRESHOLD                  2  E

 08 RECORDER                         ON

 09 ORD MIN/MAX             0.000 / 100.0

 10 ABSC MIN/MAX            654.0 / 658.0

 11 MEMORIZE    /FILES1/MEM1/      /

 12 PRINTER          /      /       /
```

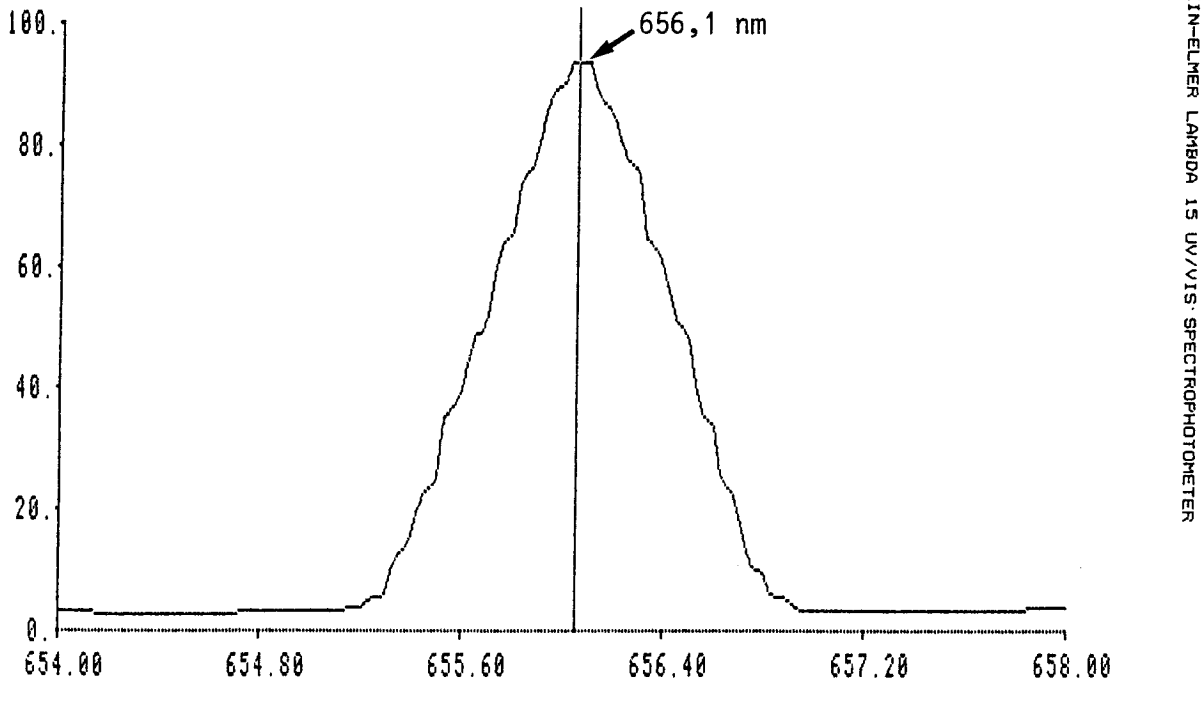


Bild 6-4. Deuterium-Emissionslinie, registriert in Betriebsart SINGLE BEAM

6.7.3. WELLENLÄNGENJUSTIERUNG MIT HOLMIUMOXIDFILTER

Ein Holmiumoxidfilter ist als wahlweises Zubehör (Bestell-Nr. B008-0832) erhältlich.
Das Holmiumoxid hat mehrere scharfe Absorptionsbanden, wovon die bei 360,8 nm am besten für eine Monochromatorjustierung geeignet ist. (Weitere Absorptionsbanden bei 279,3 nm und 536,4 nm.)

Die automatische Wellenlängenjustierung mit der Deuteriumlinie ist zu bevorzugen. Eine Justierung mit dem Holmiumoxidfilter sollte nur durchgeführt werden, wenn die Deuteriumlampe defekt ist und das Spektrometer mit der Halogenlampe im VIS-Bereich weiter betrieben werden soll.

Nach der Beendigung der Einschaltroutine kann die Justierung durchgeführt werden wie folgt:

1) Spektrometer auf Betriebsart SCAN MODE einstellen und folgende Parametereinstellungen wählen:

ORDINATE MODE	ABS
SLIT	2 nm
SCAN SPEED	60 nm/min
RESPONSE	0.5 s
LAMP	VIS
ORD MIN/MAX	0.000/1.000
ABSC MIN/MAX	320/400
MEMORIZE	MEM1/FILES1

2) Das Holmiumoxidfilter in den Probenhalter einsetzen und Probenraumdeckel schließen.

3) Graphikseite (PAGE 4) auf den Bildschirm rufen.
Taste RUN/STOP drücken.

4) Nach beendeter Spektrenaufnahme das gespeicherte Spektrum auf die Graphikseite rufen.
Dazu 1 eintippen, anschließend Soft Key VIEW drücken.

5) Durch Betätigen der Soft Keys CURSOR den Strichcursor auf das Peakmaximum setzen und die Wellenlänge vom Bildschirm ablesen.

6) Parameterseite (PAGE 2) aufrufen.
Mit Funktion GO TO λ den Monochromator 2 nm höher als die abgelesene Wellenlänge fahren.

7) Mit Funktion GO TO λ die Wellenlänge schrittweise um 0,1 nm reduzieren. Angezeigten Extinktionswert (A) beobachten und feststellen, bei welcher Wellenlänge das Extinktionsmaximum liegt.
Monochromator genau auf die Wellenlänge setzen, bei der das Extinktionsmaximum erreicht worden ist.

8) Zeilenmarker auf ORDINATE MODE setzen und Betriebsart SINGLE BEAM einstellen.

9) Zeilenmarker auf SLIT/GAIN setzen,
360.8 eintippen, anschließend Soft Key CAL WAV drücken.

10) Folgende Parametereinstellungen vorwählen:

ORDINATE MODE	ABS
SCAN SPEED	7.5 nm/min
ABSC MIN/MAX	355/365

11) Taste RUN/STOP drücken.

12) Nach beendeter Spektrenaufnahme das Spektrum wieder auf die Graphikseite rufen und prüfen, ob das Peakmaximum jetzt bei 360,8 +/-0,3 nm liegt. Falls nicht, Schritte 6 bis 12 wiederholen.

ACHTUNG: Soft Key CAL WAV niemals anders betätigen als zuvor beschrieben.

6.8. FEHLERBESEITIGUNG

Falls das Spektrometer während des Betriebs Fehlfunktionen aufweist oder unkorrekte Daten anzeigt, sollten Sie sich zunächst vergewissern, daß die eingegebenen Parameterwerte im spezifierten Leistungsbereich des Spektrometers liegen.
Weiterhin sollten Sie prüfen, ob nicht weitere Teilgeräte oder Zubehöre des Meßplatzes oder falsche oder fehlerhaft vorbereitete Proben die Störungen verursachen.
Einge gerätespezifische Störungen, ihre Ursachen und Beseitigung sind im Folgenden aufgeführt.

WARNUNG: An bestimmten Teilen im Innern des Spektrometers liegen hohe Spannungen an!
VERSUCHEN SIE NICHT, im Innern des Spektrometers REPARATURARBEITEN DURCHZUFÜHREN.
Reparaturen oder Überprüfungen im Innern des Spektrometers sollten nur vom Perkin-Elmer Kundendienst oder entsprechend geschulten Fachleuten durchgeführt werden.

6.8.1. FEHLERSUCHANLEITUNG

Fehlersymptom	Ursache	Abhilfe
1) Gerät reagiert nicht nach Einschalten.	a) Netzanschluß unterbrochen b) Sicherung defekt	a) Netzanschlüsse überprüfen b) Sicherung auswechseln
2) Abszissenanzeige zeigt je nach Geräteversion 626 oder 670 nm nach dem Einschalten.	Deuteriumlampe defekt	Deuteriumlampe austauschen
3) Monochromator fährt auf 0 nm nach dem Einschalten.	Deuteriumlampe defekt oder Fehler im Schaltkreis	Deuteriumlampe prüfen. Ist dies nicht die Ursache, den Perkin-Elmer Kundendienst benachrichtigen.
4) Instabile Ordinate	a) Vergleichsstrahl blockiert b) Lichtquelle nicht eingeschaltet	a) Vergleichsstrahl prüfen, ggfs. freimachen b) Ggfs. einschalten
5) Unzulässige Abweichungen von der Basislinie	Die Basislinienkorrektur wurde mit einer anderen Spalteinstellung gemacht oder mit teilweise blockiertem Lichtstrahl	Wiederholte Basislinienkorrektur mit den geforderten Parametern
6) Tasten CHART inaktiv	Drucker ausgeschaltet oder OFF LINE	Drucker überprüfen

6.8.2. FEHLERMELDUNGEN BEIM ANWENDEN DER BILDSCHIRMGRAPHIK

Die Fehlermeldungen sind in alphabetischer Reihenfolge geordnet.
Ihre jeweilige Bedeutung auf deutsch ist in Klammern gesetzt.

ALL FILES ARE EMPTY, PRESS CE/?

(Alle Dateien sind leer, Drücken Sie Taste CE/?)

Erläuterung: Durch Drücken der Soft Key VIEW ohne vorhergehende numerische Eingabe wurden die Inhalte aller Dateien abgerufen, jedoch sind in keiner Datei Daten gespeichert.

FILE IS EMPTY, PRESS CE/?

(Datei ist leer, drücken Sie Taste CE/?)

Erläuterung: In der Datei, die durch die numerische Eingabe für eine VIEW-, ADD-, SUB- oder MULT-Aktion adressiert worden ist, sind keine Daten gespeichert.

IMPOSSIBLE ORDINATE MODE, PRESS CE/?

(Unerlaubter Ordinate Mode, drücken Sie Taste CE/?)

Erläuterung: Das mit VIEW abgerufene Spektrum wird jeweils in den Ordinatenmodus (Parameterzeile ORDINATE MODE) transformiert und dargestellt, der gegenwärtig am Spektrometer eingestellt ist. Die Transformation ist jedoch nur in folgender Richtung möglich: Durchlässigkeit (%T), Extinktion (ABS), 1. Ableitung (D1), 2. Ableitung (D2), 3. Ableitung (D3), 4. Ableitung (D4).
Es ist nicht möglich, diese Reihenfolge umzukehren.
Beispiel: Ein in %T gespeichertes Spektrum kann in alle anderen Darstellungsweisen transformiert werden.
Ein in Extinktion gespeichertes Spektrum kann zwar in alle nachfolgenden Darstellungsweisen transformiert werden, jedoch nicht in %T-Darstellung.

Abhilfe: Parameterseite aufschlagen und in die Parameterzeile ORDINATE MODE eine zulässige Ordinatendarstellung eingeben. Anschließend wieder die Graphikseite aufschlagen und die gewünschte Eingabe wiederholen.

METHOD DOES NOT FIT, PRESS CE/?

(Eingestellte Methode unpassend, drücken Sie Taste CE/?)

Erläuterung: Mit der Graphik sind zwei prinzipiell unterschiedliche Darstellungsarten möglich, die von der gewählten Methode abhängen:

1. Die Absorption (in Durchlässigkeit oder Extinktion) als Funktion der Zeit (Methoden TIME DRIVE, WAV PROG, ENZYME oder SUBSTRATE).
2. Die Absorption und alle weiteren Ableitungen als Funktion der Wellenlänge (Methode SCAN).

Die mit VIEW abgerufenen Graphiken können nur dann auf dem Bildschirm angezeigt werden, wenn sie mit der Darstellungsart der gegenwärtig eingestellten Methode übereinstimmen.
Es ist nicht möglich, ein zuvor gespeichertes Spektrum abzurufen, wenn anschließend auf eine Meßmethode mit zeitabhängiger Datenaufzeichnung (TIME DRIVE, WAV PROG, ENZYME oder SUBSTRATE) umgeschaltet worden ist und umgekehrt.

NUMBER OF FILES NOT EQUAL, PRESS CE/?

(Anzahl der Dateien unpassend, drücken Sie Taste CE/?)

Erläuterung: Die eingegebene Anzahl der Dateien (FLS in Parameterzeile MEMORIZE) stimmt nicht mit der gegenwärtig gültigen Speicheraufteilung überein und daher ist es nicht möglich, die ADD-FILE- oder SUB-FILE-Routine für eine Off-line-Addition bzw. -Subtraktion oder eine MULT-FACT-Routine zu starten.
Beispiel: Der Speicher wurde in 3 Dateien aufgeteilt und es wurden 2 Spektren gespeichert.
Anschließend wurde die FILES-Eingabe auf 5 geändert.
Falls nun versucht wird, mit den gespeicherten Spektren eine Off-line-Additon, -Subtraktion oder Multiplikation durchzuführen, erscheint obige Fehlermeldung.

Abhilfe: Die FILES-Anzahl wieder auf den Wert zurücksetzen, der bei der Speicherung der gewünschten Spektren gültig war (im Beispiel auf 3).
Der alte Wert wird in der Soft-Key-Beschriftung STORE der Graphikseite angezeigt, wenn die Taste CE/? gedrückt wird.

NUMBER OF FILES NOT EQUAL, PRESS CE/? THAN UPDATE INSTR.

(Anzahl der Dateien unpassend, drücken Sie Taste CE?/, anschließend Soft Key UPDATE INSTR)

Erläuterung: Bei Anwendung der Methode SCAN/CELL PROG stimmen die gegenwärtig eingestellten Küvettenparameter (Zahl und Position) nicht mit der eingegebenen FILES-Anzahl überein und es wurde versucht, eine Spektrenaddition, -subtraktion oder -multiplikation durchzuführen.

Abhilfe: Durch Drücken der Soft Key UPDATE INSTR werden am Spektrometer automatisch die Küvettenparameter eingestellt, die auch bei der Spektrenaufnahme gewählt worden sind.

PARAMETER NOT EQUAL, ADD(SUB) NOT POSSIBLE, PRESS CE/?

(Parameter nicht entsprechend, ADD(SUB) nicht möglich, drücken Sie Taste CE/?)

Erläuterung: Es wurde versucht, eine Off-line-Addition oder -Subtraktion durchzuführen, wobei jedoch die in den Dateien gespeicherten Geräteparameter nicht miteinander übereinstimmen.
Folgende Parameter müssen jeweils übereinstimmen:
- ORDINATE MODE
- SLIT
- SCAN SPEED
- RESPONSE
- NO OF CYCLES
- CYCLE TIME
- ABSC MIN
- ABSC MAX

PARAMETER NOT EQUAL, PRESS CE/? THAN UPDATE INSTRUMENT

(Parameter nicht entsprechend, drücken Sie Taste CE/?, anschließend Soft Key UPDATE)

Erläuterung: Es wurde versucht, eine On-line-Addition oder -Subtraktion durchzuführen, wobei jedoch die am Spektrometer eingestellten Geräteparameter nicht mit den in der Datei gespeicherten übereinstimmen.
Folgende Parameter müssen jeweils übereinstimmen:
- ORDINATE MODE
- SLIT
- SCAN SPEED
- RESPONSE
- NO OF CYCLES
- CYCLE TIME
- ABSC MIN
- ABSC MAX

Abhilfe: Durch Drücken der Soft Key UPDATE INSTR (Parameterzeile MEMORIZE) können die Parametereinstellungen der gespeicherten Datei automatisch eingestellt werden.

VIEW NOT POSSIBLE WITH ORDINATE MODE SET ON P2, PRESS CE/?

(VIEW mit dem in Seite 2 gewählten ORDINATE MODE nicht möglich, drücken Sie Taste CE/?)

Erläuterung: Diese Fehlermeldung erscheint, wenn ein Spektrum mit VIEW aus einer Datei abgerufen und in einem anderen zulässigen Ordinatenmodus (z. B. als 4. Ableitungsspektrum) dargestellt werden soll, jedoch folgende Beschränkung wirksam wird:
Der Graphikspeicher kann max. 4080 Datenpunkte speichern. Wenn der Speicher z. B. in max. 6 Dateien unterteilt ist, können max. 4080 : 6 = 680 Datenpunkte/Datei gespeichert werden.
Falls durch die Spektrenaufnahme mehr Datenpunkte als maximal maximal zulässig anfallen, wird die Anzahl der Datenpunkte so oft durch 2 dividiert bis die Anzahl der Datenpunkte $\leq$ 680 ist. Die Anzahl der benötigten Divisionen ergibt den sog. Datenpunktselektionsfaktor (DPSF).
Die Scan-Geschwindigkeit (SCAN SPEED) des gespeicherten Spektrums wird intern mit dem ermittelten DPSF multipliziert. Wenn die daraus resultierende Scan-Geschwindigkeit größer ist als die größtmögliche am Spektrometer einstellbare, kann das Spektrometer das betreffende Spektrum nicht darstellen.

ZOOM NOT POSSIBLE WITH ORDINATE MODE SET ON P2, PRESS CE/?

(ZOOM mit dem in Seite 2 gewählten ORDINATE MODE nicht möglich, drücken Sie Taste CE/?)

Erläuterung: Diese Fehlermeldung erscheint, wenn ein Spektrum mit der Funktion ZOOM bearbeitet werden soll und folgende Beschränkung wirksam wird:
Die Scan-Geschwindigkeit (SCAN SPEED) des gespeicherten Spektrums wird intern mit dem ermittelten DPSF (s. o.) multipliziert. Wenn die daraus resultierende Scan-Geschwindigkeit größer ist als die größtmögliche am Spektrometer einstellbare, kann das Spektrometer das betreffende Spektrum nicht darstellen.

7. HINWEISE ZUR HANDHABUNG

ANMERKUNG: Die im Folgenden gegebenen Beispiele zum Veranschaulichen der Parameterwahl wurden nicht mit den Spektrometern Lambda 15/17 aufgenommen, jedoch mit Spektrometertypen, die ebenfalls der Lambda-Serie angehören.
Daher enthalten diese Beispiele z. T. Parameterangaben, die mit den Spektrometern Lambda 15/17 nicht eingestellt werden können und die Ausdrucke, die mit Lambda 15/17 und dem FX-85 erhalten werden, ergeben andere Bilder als dargestellt.
Dies ändert jedoch nichts an den gegebenen prinzipiellen Aussagen zur Auswahl der Meßparameter.

7.1. AUSWAHL DER SPALTBREITE

Die wählbaren Spaltbreiten sind die effektiven Spektralen Bandbreiten und nicht die mechanischen Abmessungen der Spaltvorrichtung.

Eine große Spaltbreite ermöglicht eine bessere Energieausbeute und dies bedeutet meist ein verbessertes Signal/Rauschverhältnis. Eine jedoch zu groß gewählte Spaltbreite verringert die Photometrische Genauigkeit und die spektrale Auflösung. Ebenfalls können dadurch Bandenverbreiterungen verursacht werden.

Das bei hoher Energie oft vernachlässigbare Rauschen kann bei geringer Spaltbreite und stark absorbierenden Proben oder reduziertem Lichtstrahl zu einem schlechten Signal/Rauschverhältnis führen.

Ein guter Kompromiß liegt bei einer Spaltbreite zwischen einem fünftel und einem Zehntel der Bandbreite des interessierenden Absorptionsbands.

Die untenstehende Tabelle dient als Richtlinie zur Auswahl der Spaltbreite.

Tabelle 7-1. Auswahl der Spaltbreite

Für die Registrierung von Spektren gasförmiger Proben	0.25 nm
Für die Registrierung von Spektren fester oder flüssiger Proben	0.25 - 2 nm
Für Messungen bei fester Wellenlänge	1 - 2 nm
Für Messungen nahe der Bereichsgrenzen und bei stark absorbierenden Proben	2 - 4 nm

Wird keine hohe Auflösung gefordert, so sollte die jeweils größere Spaltbreite gewählt werden, um das Signal/Rauschverhältnis zu verbessern.

7.2. AUSWAHL DER REGISTRIERGESCHWINDIGKEIT

Die Festlegung der Registriergeschwindigkeit ist abhängig von der Probe, der gewählten Spaltbreite und der Zeitkonstanten.

Tabelle 7-2. Auswahl der Registriergeschwindigkeiten

Übersichtsspektren und Proben mit breitbandigen Spektren	1440, 960, 480, 240 nm/min
Spektren von festen und flüssigen Proben	120, 60, 30 nm/min
Gasförmige Proben, hohe Auflösung oder expandierte Spektren	30, 7.5 nm/min

Die natürliche Form einer Absorptionsbande ist abhängig von den bereits o.g. Faktoren. Daher kann eine einmal vorgenommene Geräteeinstellung nicht für alle Banden Gültigkeit haben.

Folgende Empfehlungen sollten beachtet werden, um die Bandenform so natürlich wie möglich zu halten:

1. Für schmale Absorptionsbanden, niedrige Geschwindigkeiten und kurze Zeitkonstante unter Beachtung des Signal/Rauschverhältnisses.

2. Breite Absorptionsbanden ermöglichen schnellere Registiergeschwindigkeiten.

HINWEIS: Registriergeschwindigkeit 1440 nm/min kann nicht mit dem Anwendungsprogramm PECUV verwendet werden.

7.3. AUSWAHL DER ZEITKONSTANTEN

Besonders bei der Registrierung von Spektren ist die Auswahl der Zeitkonstanten abhängig von der Art der Probe, der eingestellten Bandbreite und dem Signal/Rauschverhältnis.

Bei der Registrierung von Spektren führt eine zu große Zeitkonstante bei hohen Registriergeschwindigkeiten zu einer Verzerrung des Spektrums.

Im Allgemeinen sollten kleine Zeitkonstanten gewählt werden, um hohe Registriergeschwindigkeiten zu ermöglichen, es sei denn, das Rauschen schränkt den Bereich ein.

Tabelle 7-3. Auswahl der Zeitkonstanten

Hoch aufgelöste Spektren Hohe Registriergeschwindigkeiten Messungen bei fester Wellenlänge und hoher Energie Schnell wechselnde Proben	0 - 2 s
Mittel aufgelöste Spektren Mittlere Registriergeschwindigkeiten Messungen bei fester Wellenlänge bei reduzierter Energie	2 - 5 s
Stark absorbierende Proben Langsame Registrierung mit breiten Banden Hohe Skalendehnung	10 s

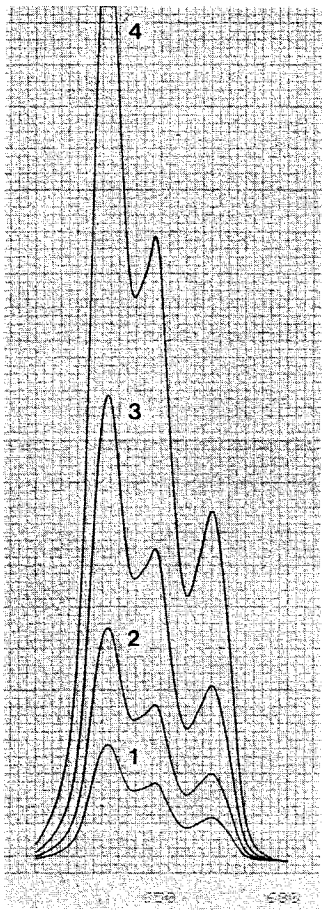
7.4. AUSWAHL DES ORDINATENBEREICHS

7.4.1. ALLGEMEINES

Die einstellbaren Grenzwerte für den Ordinatenmeßbereich erlauben eine große Flexibilität in der Darstellung von Spektren.

Zur Registrierung des Spektrums einer unbekannten Probe ist es empfehlenswert, den gesamten Ordinatenbereich von 0 bis 100 %T bzw. 0 bis 3 E auszunützen. Sobald der Wert für die maximale Extinktion (bzw. minimale Transmission) innerhalb des interessierenden Wellenlängenbereichs bekannt ist, kann die Skalendehnung angewandt werden, um kleine Peaks oder kleine Signaländerungen besser sichtbar zu machen. In Bild 7-1 sind Spektren abgebildet, die mit steigender Skalendehnung aufgenommen sind.

Durch Auswahl passender Werte für ORD MIN ist eine Verschiebung des Ordinatennullpunkts möglich. Dies wird insbesondere dann angewandt, wenn kleine Peaks über den vollen Schreiberausschlag gedehnt werden sollen oder zur Auflösung von Schultern auf einem Peak usw. (siehe Bild 7-1).

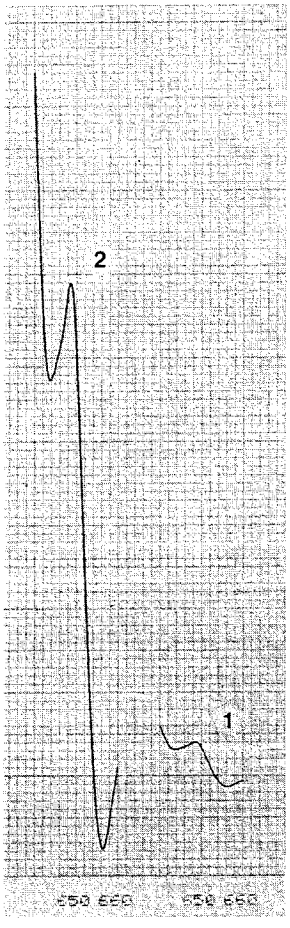


Spektrum von Holmiumoxid-Glasfilter.
Registriert von 680 bis 620 nm mit Extinktionsmessung (ABS).
Registriergeschwindigkeit 120 nm/min,
Format 10 nm/cm
Zeitkonstante 0.5 s
Spaltbreite 2 nm

Grenzwerte Ordinatenbereich für Schreiber:

Kurve	*ORD MAX*	*ORD MIN*
1	*1*	*0*
2	*0.5*	*0*
3	*0.25*	*0*
4	*0.125*	*0*

Bild 7-1. Absorptionsspektrum von Holmiumoxid



Spektrum eines Glasfilters mit Holiumoxid. Registriert von 660 nm bis 640 nm mit Extinktionsmessung (ABS).
Registriergeschwindigkeit 60 nm/min,
Format 10 nm/cm
Zeitkonstante 0.5 s
Spaltbreite 2 nm

Grenzwerte Ordinatenbereich für Schreiber:

Spektrum Abschnitt	*ORD MAX*	*ORD MIN*
1	*1*	*0*
2	*0.17*	*0.09*

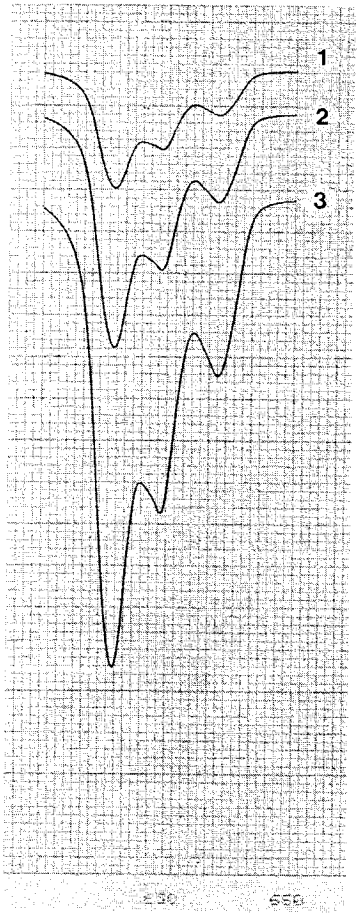
Durch Anwendung der Skalendehnung und Basislinienabsenkung wird die Schulter bei 649 nm aufgelöst. Der Extinktionsbereich 0.08 ist über den gesamten Schreiberausschlag gedehnt worden.

Bild 7-2. Gedehntes Spektrum

Bei der Registrierung von Derivativspektren werden für ORD MAX positive und für ORD MIN negative Werte eingegeben (siehe Abschnitt 7.5).

7.4.2. UMKEHRUNG VON SPEKTREN

Für bestimmte Anwendungen ist die Umkehrung von Spektren auf dem Schreiberpapier gewünscht. Dies wird erreicht durch Umkehrung der Werte für ORD MIN und ORD MAX.



Umgekehrtes Absorptionsspektrum eines Holmiumoxid-Glasfilters.
Registriert von 680 nm - 620 nm.
Spaltbreite 2 nm
Registriergeschwindigkeit 120 nm/min
Zeitkonstante 0.5 s
Format 10 nm/cm

Kurve	*ORD MIN*	*ORD MAX*
1	*1*	*0*
2	*0.5*	*0*
3	*0.25*	*0*

Bild 7-3. Umgekehrtes Absorptionsspektrum

7.4.3. ZYKLISCHE REGISTRIERUNG MIT AUTO-RANGE

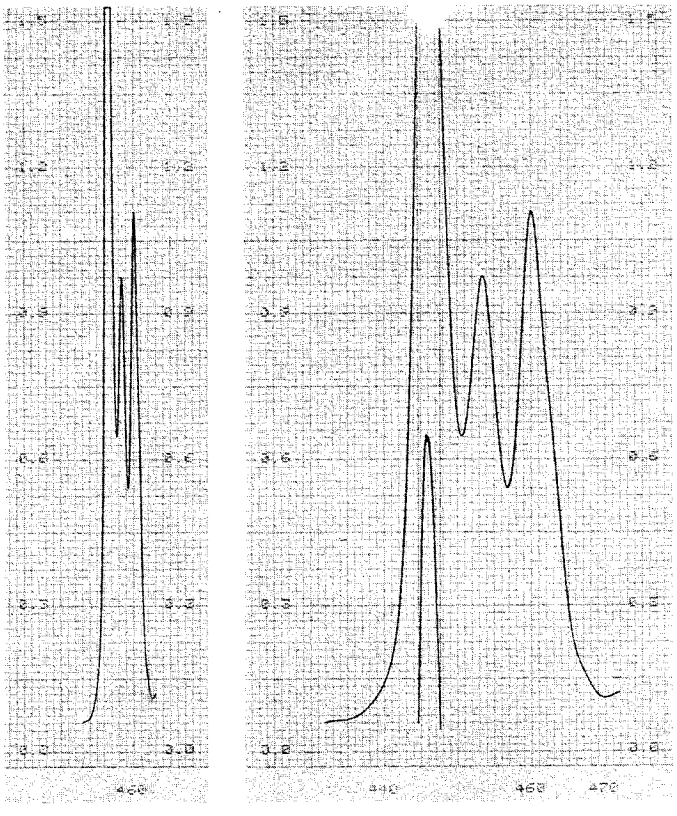
Signale, die über den vorgegebenen Ordinatenbereich hinausgehen, können mit AUTO RANGE zusätzlich aufgezeichnet werden. Dies geschieht, indem der Schreiber sobald er ORD MAX und damit den oberen Rand des Schreiberpapiers erreicht, zur Basislinie zurückfährt und dort mit der Aufzeichnung fortfährt. Fällt das Signal unter ORD MAX zurück fährt der Schreiber wieder an den oberen Rand des Papiers zurück und setzt dort die Aufzeichnung fort.

Diese Aufzeichnungsart ist im Bild 7-4 dargestellt. Zur Verdeutlichung der Darstellung mit AUTO RANGE wurde das Spektrum zusätzlich gedehnt. Ohne AUTO RANGE ist der Peak bei 446 nm nicht vollständig dargestellt. Mit AUTO RANGE wird der über den vorgegebenen Ordinatenbereich gehende Peakteil auf der Basislinie erneut beginnend dargestellt. Der Peak kann somit ausgewertet werden, indem zu ORD MAX der darunter aufgezeichnete Peakanteil addiert wird (im Beispiel: 1.5 E + 0.645 E = 2.145 E).

Diese Skalenerweiterung kann bis zu zweimal je Peak durchgeführt werden (siehe Bild 7-5). In diesem Beispiel, in dem ein Absorptionsspektrum mit ORD MAX 1 E registriert wurde, überschreitet der Peak zweimal den vorgegebenen Ordinatenbereich. Dieser Peak wird ausgewertet, indem die einzelnen Peakteile addiert werden (im Beispiel: 1 E + 1 E + 0.145 E = 2.145 E).

Sowohl für registrierende Messungen als auch Messungen in Time Drive Mode ist diese Methode nützlich, wenn langzeitkinetisch registriert werden soll.

ohne
Auto Range



mit
Auto Range

Bild 7-4. Absorptionsspektrum registriert mit und ohne AUTO RANGE

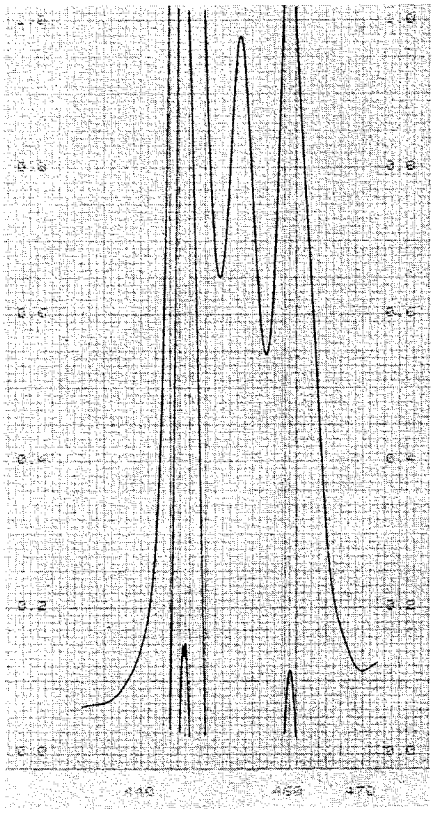


Bild 7-5. Absorptionsspektrum registriert mit AUTO RANGE und erweitertem Ordinatenbereich

7.5. REGISTRIERUNG VON DERIVATIV-SPEKTREN

Durch die Aufzeichnung der Ableitung des normalen Spektrums werden überlappende bzw. kleine und breite Banden besser aufgelöst. Breite Untergrundinterferenzen werden ebenfalls verringert und die Feinstruktur der Absorptionsbanden wird sichtbarer. Derivativaufzeichnungen können benützt werden zur:

Messung von trüben biologischen Proben,

Photometrischen Bestimmung von trüben Abwasserproben,

Bestimmung von kaum merklichen Absorptionspeaks, die mit einem konventionellen Spektrophotometer nicht aufgelöst werden können,

Messung auf der Flanke einer Absorptionsbande.

Derivativspektren, insbesondere die höherer Ableitung, erleichtern die qualitative Interpretation bei Proben mit überlappenden Banden und sind hilfreich bei der quantitativen Analyse, wenn das Spektrum unerwünschte Untergrundabsorption aufweist.

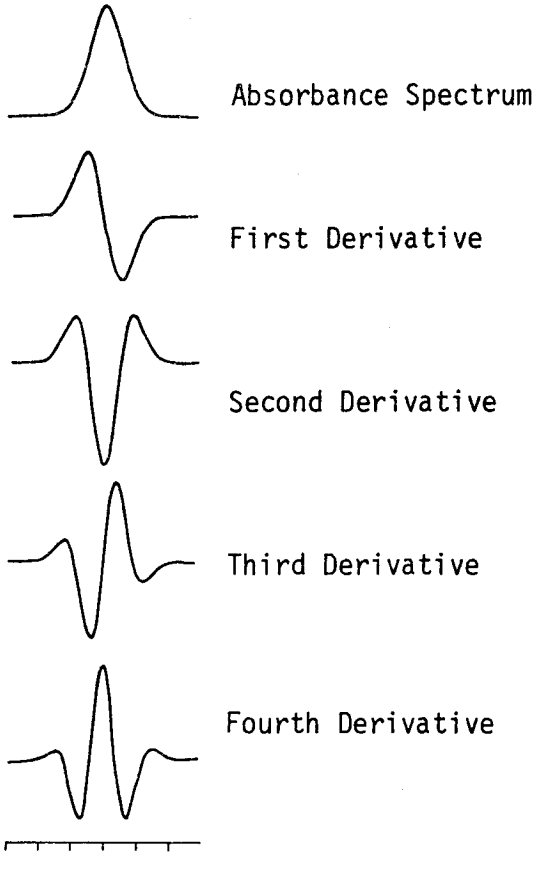


Bild 7-6. Idealisierte Kurvenformen

Die Auswahl der geeigneten Geräteparameterwerte für eine bestimmte Probe wird normalerweise durch Versuche oder empirisch festgelegt. Die folgenden Bemerkungen sind Empfehlungen für die Auswahl der Parameterwerte.

Ordnung der Ableitung	Die Auflösung und Unterscheidung wird mit höherer Ableitung verbessert, das Signal/Rauschverhältnis jedoch verschlechtert. Die erste Ableitung ist nur sinnvoll, wenn das Absorptionsspektrum schon durch starkes Rauschen geprägt ist. Im allgemeinen wird die zweite Ableitung eingesetzt. Die Auflösung und Unterscheidung ist verbessert und das Peakminimum der charakteristischen zweiten Ableitung ist besser zu identifizieren. Ist jedoch auch hier die Auflösung nicht zufriedenstellend, kann die 3. oder 4. Ableitung gewählt werden, wenn das Rauschen akzeptiert werden kann.
Spalt	Im allgemeinen sollte die spektrale Spaltbreite relativ schmal zu der Breite des interessierenden Spektralbereichs sein. Die mit der Derivativspektroskopie erreichbare Auflösung kann durch einen zu breiten Spalt reduziert werden.
Registriergeschwindigkeit	Als allgemeine Regel gilt: Registriergeschwindigkeit = Bandbreite x 10 Zu hohe Registriergeschwindigkeiten bewirken eine Reduzierung der Auflösung, zu niedrige ein verstärktes Rauschen.
Zeitkonstante	Niedrige Zeitkonstanten reduzieren die Empfindlichkeit, hohe verstärken das Rauschen. Im allgemeinen sollten mittlere Zeitkonstanten gewählt werden.
Wellenlängendifferenz $\Delta\lambda$	Eine erhöhte $\Delta\lambda$ verbessert das Signal/Rauschverhältnis aber bewirkt gleichzeitig eine Verzerrung. Hier ist abzuwägen. Im allgemeinen sollte $\Delta\lambda$ ungefähr der Halbwertsbreite des Peaks entsprechen, der vom Untergrund getrennt werden soll, oder gleich bzw. geringfügig kleiner als die Trennung zwischen den Banden, die aufgelöst werden sollen.
Ordinate	Im allgemeinen: $\text{ORD}\ \begin{matrix}\text{MIN}\\ \text{MAX}\end{matrix} = \pm \frac{\text{E x 10}}{\text{Bandbreite}}$

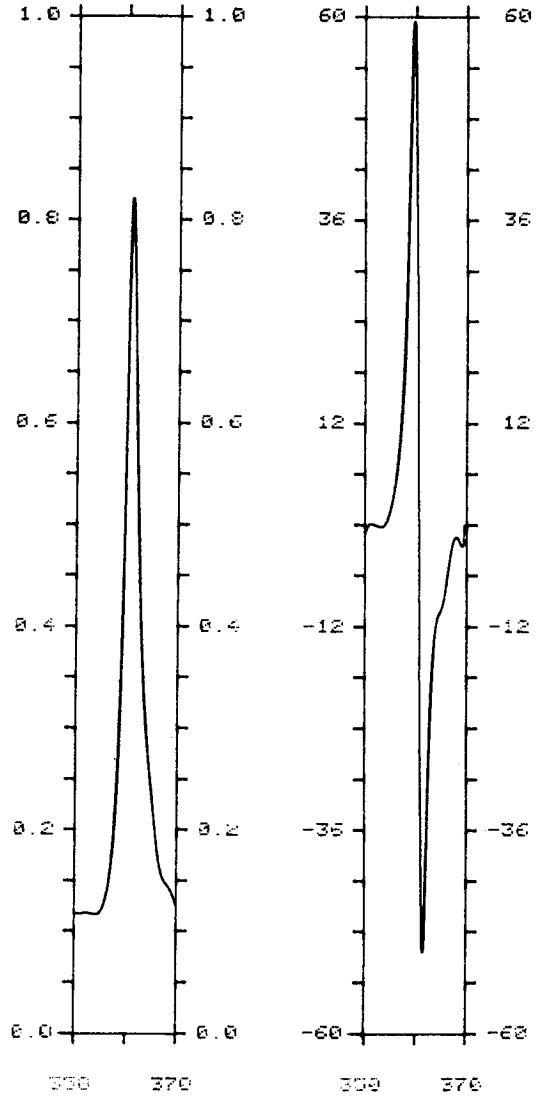
Ein Absorptionsspektrum mit der 1. bis 4. Ableitung ist in den folgenden Abbildungen gezeigt.

PERKIN-ELMER
LAMBDA 5 UV/VIS SPECTROPHOTOMETER
DATE 82-04-01 11:01
SAMPLE ID ..... Holmium .....
OPERATOR ..... C.S. .....

METHOD	SCAN/MANUAL
01 ORDINATE MODE	ABS
02 SLIT	2 NM
03 SCAN SPEED	60 NM/MIN
04 RESPONSE	0.5 S
05 LAMP	332.8 NM
06 CYCLES/TIME	1 / 0.05 MIN
07 PEAK THRESHOLD	0.02 A
08 RECORDER	SERIAL / DASH 1
09 ORD MIN/MAX	0.000 / 1.000
10 ABSC MIN/MAX	350.0 / 370.0
11 ABSCISSA FORMAT	10 NM/CM
12 PRINTER GRID/SCALE/	/METHOD

Parameters shown above were selected for scanning the absorbance spectrum. For scanning the derivative spectra, identical parameters were used, except as follows:

RESPONSE	1 s
DELTA WAVELENGTH	1 nm
ORD MIN/MAX	As shown on each scale



Absorbance Peak

First Derivative

Bild 7-7a. Absorptionspeak und 1. Ableitung

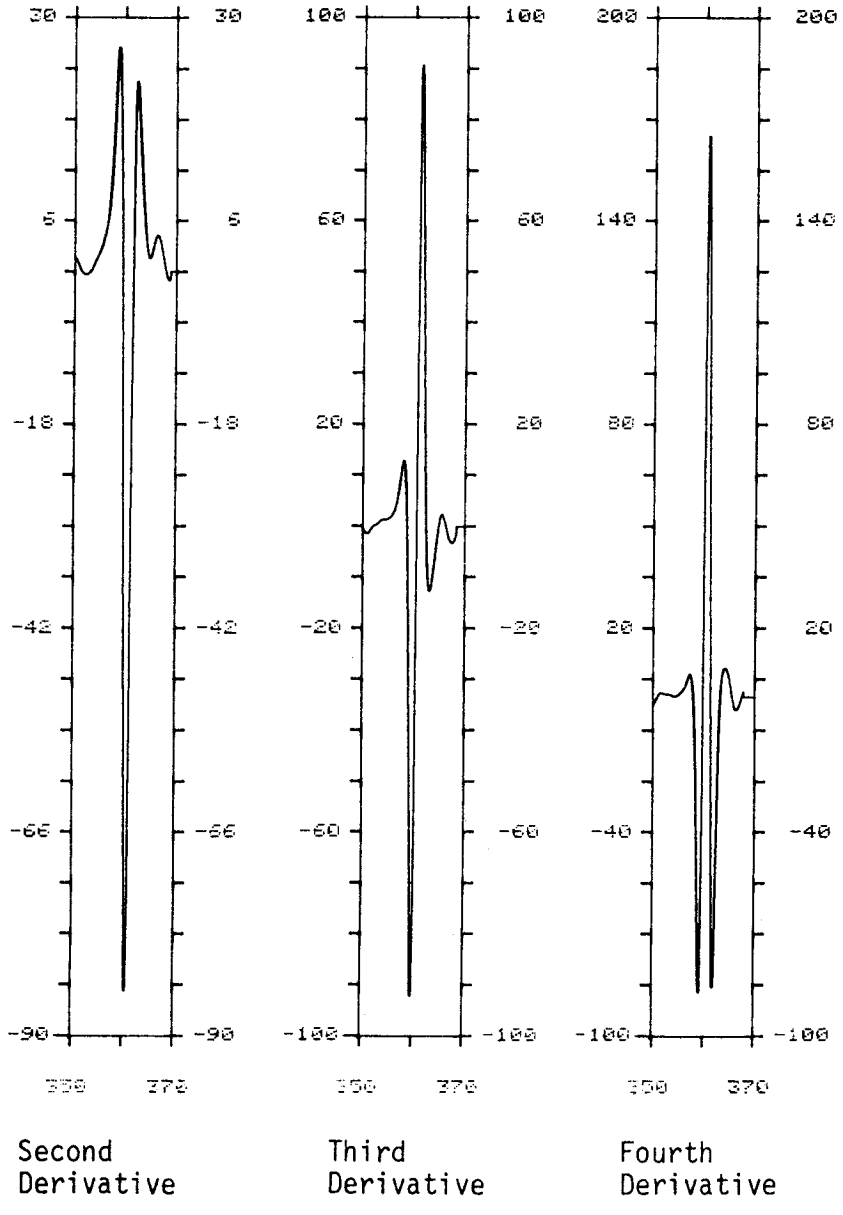


Bild 7-7b. Zweite, dritte und vierte Ableitung

7.6. KONZENTRATIONS-KALIBRIERUNG

7.6.1. ALLGEMEINES

Die gewünschte Meßwertdarstellung kann direkt in Konzentration erfolgen. Der Extinktionswert einer Probe wird hierzu mit einem vorzugebenden Umrechnungsfaktor multipliziert.
Dies geschieht auf der Basis des Beer-Lambert-Gesetzes, welches besagt, daß die Extinktion (E) proportional der Schichtdicke (d), durch welche der Lichtstrahl dringt, und der Konzentration (c) der absorbierenden Substanzart.

$$E = f.d.c.$$

Dieses Gesetzt hat Gültigkeit für verdünnte Lösungen; bei höheren Konzentrationen findet man häufig Abweichungen von dieser linearen Funktion.

7.6.2. EIN-STANDARD-KALIBRIERUNG

Fällt die Konzentration aller zu messender Proben in den linearen Bereich, kann die Kalibrierung mit nur einem Standard vorgenommen werden.

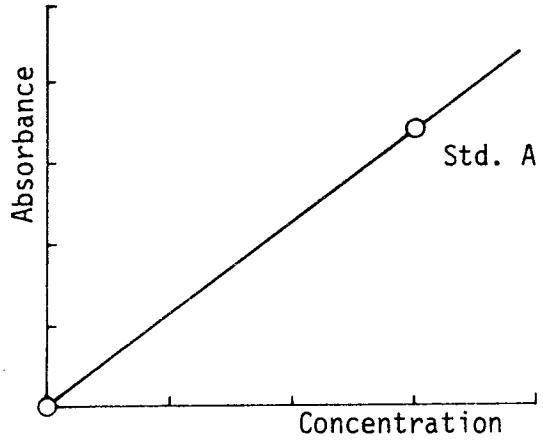


Bild 7-8. Ein-Standard-Kalibrierung

Die Konzentration der Standard-Lösung sollte gleich oder größer als die Konzentration der Probe mit der größten Konzentration sein, jedoch innerhalb des linearen Bereichs liegen.

Die Konzentrationskurve ist dann eine lineare Funktion mit dem Nullpunkt (BACK CORR) als zweiten Meßpunkt.

7.6.3. ZWEI-STANDARD-KALIBRIERUNG

Ist die Konzentration der Probe mit der größten Konzentration im nicht-linearen Bereich, so muß eine Zwei-Standard-Kalibrierung durchgeführt werden.

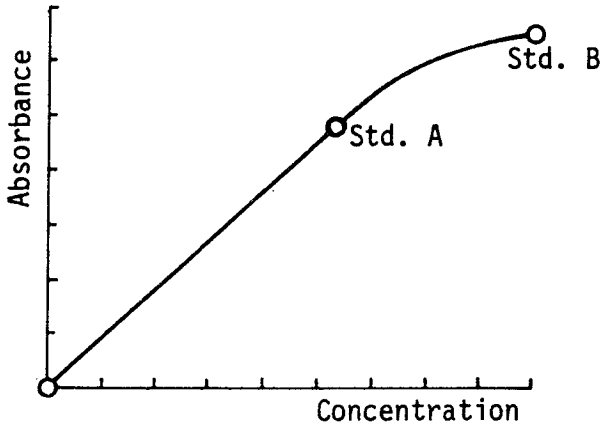


Bild 7-9. Zwei-Standard-Kalibrierung

Die Konzentration des ersten Standards (A) muß im linearen Bereich liegen, die des zweiten (B) gleich oder größer sein als die Konzentration der Probe mit der größten Konzentration.

Überschreitet die Konzentration einer Probe den linearen Bereich um mehrere Faktoren, so sollte diese Probe verdünnt werden, um eine ausreichende Genauigkeit zu gewährleisten.

7.7. Benutzung und Pflege von Küvetten und Probenraumfenstern

Eine gute Küvette für spektrophotometrische Bestimmungen ist ein optisches Gerät und Teil des optischen Systems des benutzten Meßgeräts. Eine Küvette muß daher mit derselben Sorgfalt wie jedes optische System behandelt werden. Schon geringe optische Defekte und Störungen wie Kratzer, Fingerabdrücke, Fussel usw. können leicht analytische Fehlmessungen verursachen.

Folgende Regeln zur Behandlung und Handhabung von Meßküvetten sollten eingehalten werden, um systematische Meßfehler zu vermeiden:

Küvetten immer nur an den nicht-optischen, matten Flächen anfassen.

Kratzer auf Küvetten vermeiden; niemals Küvetten aneinander oder an harten Oberflächen reiben lassen.

Schmirgelnde, korrosive oder fleckenverursachende Reinigungsmittel sind zu vermeiden. Sich vergewissern, daß die durchstrahlten Flächen optisch sauber sind.

Unmittelbar bevor die Küvette in den Halter gesetzt wird, sollten die optischen Flächen mit einem weichen Tuch oder Papiertuch trocken und frei von Fingerabdrücken gewischt werden.

Nicht versuchen, Messungen von Lösungen durchzuführen, deren Temperatur unter dem Taupunkt liegt (es kann sich Kondenswasser auf der Küvette niederschlagen).

Sich vergewissern, daß keine Gasblasen an der inneren Oberfläche der Küvette haften, insbesondere bei kalten Lösungen.

Um maximale Richtigkeit und Reproduzierbarkeit der Analyse zu erreichen, sollte u.a. für Blindwert, Standard und Messumg immer dieselbe Küvette verwendet werden. Die Küvetten sollten auch immer in derselben Position relativ zur Lichtquelle in den Halter gesetzt werden (z.B. die Küvettenbeschriftung immer in Richtung Lichtquelle).

Die optische Durchlässigkeit von Glas nimmt unterhalb 340 nm schnell ab. Für Arbeiten im Gebiet kurzer Wellenlängen sollten nur noch Quarzküvetten verwendet werden. Mit entionisiertem Wasser gefüllte Glasküvetten, die weniger als 70% Durchlässigkeit (Transmission) aufweisen, sollten nicht für Messungen benutzt werden.

Zur Standardausrüstung des Spektrophotometers gehört ein Satz Probenraumfenster, der vier Fenster mit Magnethaltern beinhaltet. Die Magnethalter erlauben einen schnellen und leichten Aus- und Einbau der Fenster in die Strahlenöffnungen des Probenraums.

Die Fenster bestehen aus Quarz und können für den gesamten Arbeitsbereich des Spektrophotometers benutzt werden. Sie verschließen den Probenraum und schützen dadurch die Optik des Geräts vor Staub und aggressiven Dämpfen und Substanzen.

Die Fenster sind optische Komponenten und erfordern dieselbe Sorgfalt in der Handhabung wie die Küvetten. Die zuvor beschriebenen Regeln zur Handhabung der Küvetten gelten hier sinngemäß ebenfalls. Als sehr brauchbar hat sich die Reinigung der Fenster mit einem weichen, alkoholfeuchten Tuch erwiesen.

Jeder Satz Fenster wurde werksseitig geprüft und die Fenster haben untereinander eine maximale Abweichung der Durchlässigkeit von 1%. Daher können die Fenster in beliebiger Reihenfolge in den Probenraum eingebaut werden.

7.8. UNGEWÖHNLICHE PROBEN

Proben, die chemisch und physikalisch stabil sind, lassen sich im allgemeinen fehlerlos spektrophotometrisch vermessen. Bei vielen Proben trifft diese Stabilität leider nicht zu und daher müssen sie speziell behandelt werden.

1. Flüchtige Proben

Manche flüchtige Proben sind derart flüchtig, daß sich die Konzentration während des Meßvorgangs verändert. In diesem Falle sind die spektrophotometrischen Meßdaten nicht oder nur sehr schlecht reproduzierbar. Bei der Analyse solcher Proben sollten daher mit Stopfen verschließbare Küvetten benutzt werden.

2. Proben, die nicht dem BEER'schen Gesetz gehorchen

Quantitative spektroskopische Analysen basieren auf der Voraussetzung, daß die Absorption proportional mit der Konzentration zunimmt. Für manche Proben ist diese Voraussetzung nicht gültig. Die Möglichkeit, daß sich die Absorption der Probe während der Vorbereitung ändern kann, sollte immer in Betracht gezogen werden. Die Änderung kann hervorgerufen werden durch die Volumenänderung bei der Zugabe von Reagenzien zur Fällung oder zur Verstärkung der Farbe. Einzelheiten über diese Themen können der einschlägigen Literatur entnommen werden.

Die Absorption ist je nach Probe unterschiedlich stark von der Temperatur abhängig. Proben, die unreproduzierbare Ergebnisse liefern, sollten auf diesen Effekt hin untersucht werden. Bei Proben, deren Temperaturabhängigkeit sich störend auswirkt, sollte vor der Messung so lange gewartet werden, bis sich die Probentemperatur angeglichen hat und konstant bleibt. Eine weitere Möglichkeit zur Konstanthaltung der Probentemperatur besteht in der Verwendung von thermostatisierbaren Küvetten und Küvettenhaltern.

3. Chemisch reaktive Proben

Findet zwischen dem Probenmaterial und dem Lösemittel in der Küvette eine Reaktion statt, kann von den spektroskopischen Ergebnissen keine Reproduzierbarkeit erwartet werden. Für diese Art Proben ist zur besseren quantitativen Auswertung die Messung der Transmissionsänderung über die Zeit bei fester Wellenlänge (TIME DRIVE) vorteilhaft. Einzelheiten über dieses spezielle Thema können der einschlägigen Literatur entnommen werden.

4. Photoaktive Proben

Manche Proben sind bekannt für ihre Photoaktivität. Sie fluoreszieren bei der Absorption von Licht bestimmter Wellenlänge. Ein kleiner Teil des Fluoreszenzlichts wird vom Detektor erfaßt und führt daher zu erhöhten Transmissionswerten. Bekanntlich können Proben bei der Absorption von Licht auch photochemische Reaktionen eingehen. Mit diesen Proben, meist biologischer Natur, wird auch eine schlechte Reproduzierbarkeit der Endergebnisse erhalten.

5. Sonstige Probeneigenschaften

Proben, die das Licht polarisieren oder Doppelbrechung aufweisen, sind häufig nur sehr schwer mit ausreichender Genauigkeit zu messen. Das ausgesandte Monochromatorlicht wird leicht polarisiert bzw. gebrochen. Dünnfilmproben sind ebenfalls problematisch, weil optische Interferenzen auftreten können, die wiederum das normale Interferenzmuster des Spektrums überlagern können.

7.9. Beziehung Probe/Lösemittel

Abgesehen von der Fähigkeit, die Probe zu lösen ohne mit ihr zu reagieren, sollte das Lösemittel noch folgende weitere Eigenschaften besitzen:

Die Lichtabsorption sollte im Bereich der Messung bzw. Registrierung möglichst gering sein.

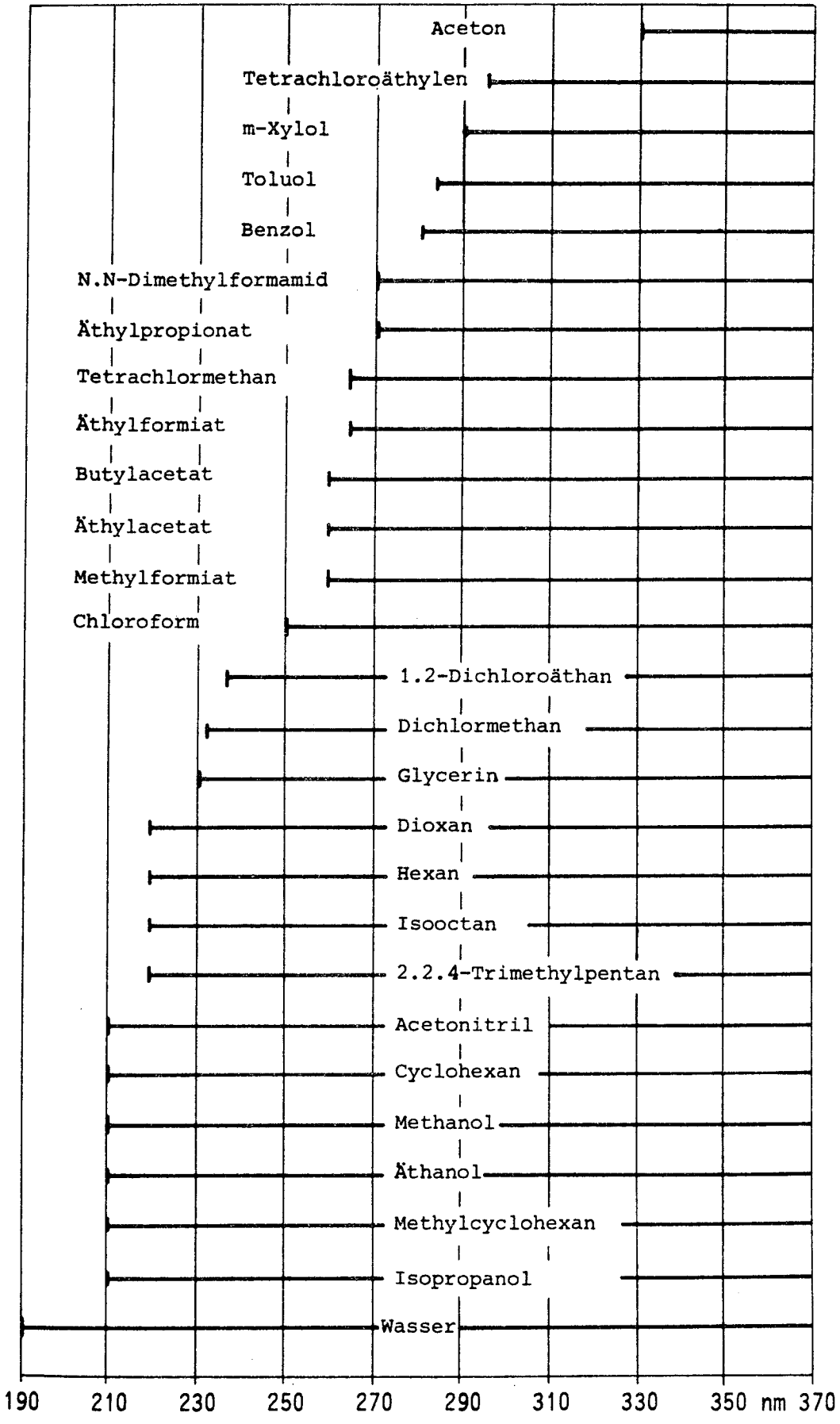
Starke Absorption der Blindlösung verringert die Vergleichsenergie und hat stärkeres Rauschen zur Folge. Bei sehr starken Absorptionen im langwelligen Bereich (700 bis 900 nm) kann das Gerät aufgrund zu geringer Energie starkes Rauschen aufweisen. Im übrigen Wellenlängenbereich können zufriedenstellende Messungen vorgenommen werden, sogar mit Lösemittel, die stärkere Absorptionen zeigen. Trotzdem sollten möglichst keine Lösemittel mit extremen Absorptionen verwendet werden.

Der Dampfdruck des Lösemittels sollte bei Raumtemperatur relativ gering sein.

Tabelle 7-1 zeigt die nutzbaren Wellenlängenbereiche einiger allgemein gebräuchlicher Lösemittel. Die untere Grenze wurde definiert als die Wellenlänge, bei der 10 mm des reinen Lösemittels 10% Transmission aufweisen.

HINWEIS: Aromatische Verbindungen zeigen allgemein eine starke Absorption in der UV-Region und sind daher für diesen Bereich nicht geeignet. Sobald ein Lösemittel eingesetzt werden soll, dessen Absorptionscharakteristik nicht bekannt ist, sollte zuvor ein Spektrum des Lösemittels aufgenommen werden, um den nutzbaren Bereich festzustellen.

Tabelle 7-4. Nutzbare Wellenlängenbereiche von Lösemitteln



7.10. JUSTIERUNG VON MIKROKÜVETTEN (NORMALVOLUMEN)

Mikroküvetten ermöglichen Messungen mit kleinen Probenvolumen. Lichtreflexion, verursacht durch die starken Wände, wird durch deren Schwarzfärbung verhindert. Einzelheiten über Mikroküvetten, die mit dem Gerät benutzt werden können, sind Kapitel 9 zu entnehmen.

Um maximale Transmission zu erreichen, muß die Probe in der Mikroküvette genau im Strahlengang sein. Der Standarküvettenhalter (082 185) ermöglicht vertikale und horizontale Justierung.

Die folgende Anleitung gilt für den Standardküvettenhalter und die gegenwärtig benutzten Mikroküvetten. Der beschriebene Vorgang soll für beide Küvettenhalter im Probe- und Vergleichsstrahl durchgeführt werden.

Arbeitsanleitung:

1) Probenraumdeckel öffnen. Eine Mikroküvette in den Halter für PROBE und eine zweite Küvette in den Halter für VERGLEICH einsetzen. Die Küvetten müssen voll aufsitzen. Beide Küvetten sollten mit einer schwachabsorbierenden Flüssigkeit (entionisiertes Wasser, Ethanol) gefüllt sein.

   ANMERKUNG: Die Justierung gilt für eine bestimmte Mikroküvette in einem bestimmten Standardhalter. Nach der Justierung sollte die Küvette immer in denselben Halter eingesetzt werden.

2) Probenraumfenster auf der rechten Seite mit einem Stück Karton abdecken, um zu verhindern, daß weißes Licht zum Photomultiplier gelangt.

3) Monochromator auf 000 nm fahren, um einen sichtbaren weißen Lichtstrahl zu erhalten.

4) Ein Stück mattweißen Papiers hinter die Küvette halten und damit visuell die horizontale Ausrichtung der Probe im Lichtstrahl prüfen.

5) Wenn der Lichtstrahl nicht genau zentrisch verläuft, mit einem schmalen Schraubenzieher die beiden Befestigungsschrauben auf dem Küvettenhalter lösen, die Horizontaljustierschraube nach rechts oder links drehen und den Lichtstrahl zentrieren. Beide Befestigungsschrauben wieder anziehen.

6) Jetzt die Vertikalausrichtung der Probe im Strahlengang visuell überprüfen. Die Justage ist richtig, wenn der Lichtstrahl etwa 2 bis 3 mm oberhalb des Küvettenbodens durch die Probe tritt.

   Sollte eine Justierung nötig sein, kann die Mikroküvette durch Drehen der Vertikaljustierschraube im Uhrzeigersinn angehoben und durch Drehen gegen Uhrzeigersinn gesenkt werden.

7) Monochromator auf eine Wellenlänge > 190 nm fahren.

8) Karton vor den Probenraumfenstern entfernen und Probenraumdeckel schließen.

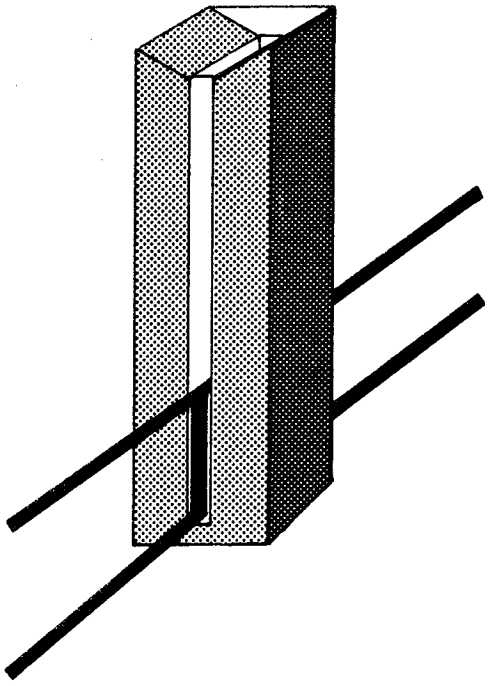


Bild 7-10. Richtige Ausrichtung des Probenvolumens im Lichtstrahl

Die grobe Justierung des Küvettenhalters ist damit beendet. Für Feineinstellung (insbesondere, falls Spektren unter Benutzung von Mikroküvetten registriert werden sollen) wird wie folgt vorgegangen:

1) Meßmethode %T einstellen.

2) Monochromator auf 460 nm einstellen.

3) VERGLEICH-Küvette aus dem Probenraum nehmen.

4) Horizontaljustierung wie oben beschrieben vornehmen.
Die Stellung ist richtig, bei der der größte Wert auf der Digitalanzeige erscheint.
Anschließend Vertikalkustierung wie oben beschrieben vornehmen.
Sich dabei ebenfalls nach dem Maximalwert auf der Digitalanzeige richten.

5) VERGLEICH-Küvette wieder in Halter stecken. PROBE-Küvette verbleibt im Probenraum.

6) Das zuvor beschriebene Justierverfahren mit dem VERGLEICH-Halter durchführen, jedoch diesmal auf minimalsten Transmissionswert justieren.

7) Befestigungsschrauben wieder festdrehen.

HINWEIS: Es ist empfehlenswert, PROBE- und VERGLEICHS-Halter mit Klebeetiketten zu kennzeichnen.

7.11. BLENDENEINSTELLUNG

Die Mikroblende verringert den Querschnitt des aus dem Monochromator austretenden Lichtstrahls und damit auch die Querschnitte der Probe- und Referenzstrahlengänge. Der verringerte Lichtstrahl hat in der Küvette eine Höhe von etwa 4 mm.

Die Mikroblende wird bei Messungen mit Mikroküvetten und Mikrodurchflußküvetten benutzt. Die Verwendung der Mikroküvettenzusätze I (083 648) und II (083 753) ist dadurch überflüssig und somit entfällt auch die zeitraubende Justage der Maskenblenden.

Die Mikroblende ermöglicht die Messung mit kleinsten Probenvolumina. Die Höhe der Flüssigkeit in der Mikroküvette muß gerade geringfügig größer sein als die Höhe des Lichtstrahls. Das erforderliche Minimalvolumen ist daher eine Funktion der Küvettenabmessung und in Tabelle 7-5 spezifiziert.

Tabelle 7-5. Volumenbedarf

Innere Breite	Minimal erforderliches Volumen
2 mm	150 µl
4 mm	300 µl

Die Mikroblende wird für alle Messungen mit Mikrodurchflußküvetten benötigt.

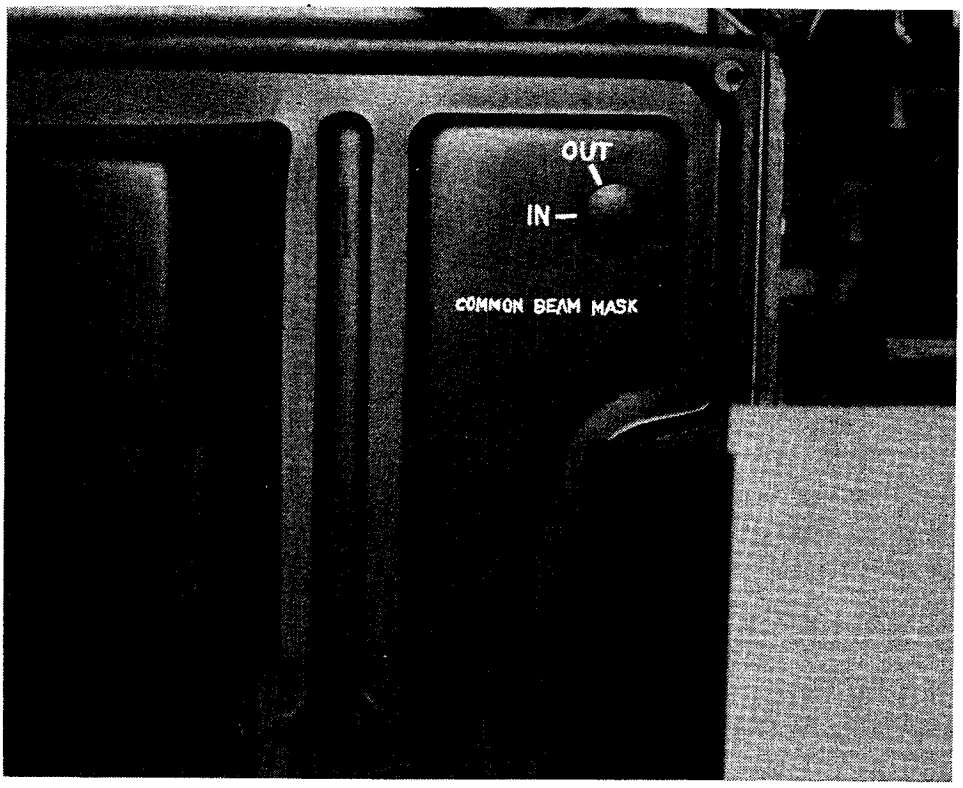


Bild 7-11. Bedienungselement für die Mikroblende (COMMON BEAM MASK)

Die Mikroblende wird in den Lichtstrahl eingeschwenkt wie folgt:

1) Die beiden Schrauben an den Seiten des Geräts lösen und Gehäuseoberteil nach hinten schwenken.

2) Verschlußkappe des Bedienungselements (COMMON BEAM MASK) entfernen. Mit einem Schraubendreher Bedienungselement auf Stellung 'IN' drehen. Verschlußkappe wieder einsetzen.

3) Gehäuseoberteil schließen.

4) Mikroküvette vorsichtig justieren, wie im Abschnitt 7.10 angegeben.

HINWEIS: Mikroküvetten mit dem Minimalvolumen füllen (vgl. Tabelle 7-5) und sich vergewissern, daß der Meniskus während der Justage nicht in den Lichtstrahl gerät.

WICHTIG: Bedienungselement immer in Stellung 'OUT' bringen, wenn die Mikroblende nicht verwendet werden muß.

8. EINBAU VON ZUBEHÖRSYSTEMEN

Eine Zubehörliste befindet sich am Ende dieses Gerätehandbuchs. Für die nachträglich angeschaffenen Zubehöre sind die entsprechenden Handbücher heranzuziehen. Wir empfehlen, diese zum Handbuch des Spektrometers zu heften.

8.1. INSTALLATION DER INTEGRATIONSKUGEL

Die Integrationskugel wird im Spektrometer, wie im Handbuch des Zubehörs beschrieben, installiert.
Für das Lambda 15/17 gelten folgende Abweichungen zum Gerätehandbuch:

1) Nach der Installation kann der Anschluß der Integrationskugel am hinteren Teil des Probenraums permanent bestehen bleiben.
Es ist lediglich erforderlich, die Geräteabdeckung zu entfernen, um an die Anschlüsse zu gelangen.
Der Anschluß muß nicht entfernt werden, wenn Küvettenwechsler installiert werden.

2) Es ist nicht erforderlich, einen Verbindungsstecker einzustecken, wenn der Anschluß der Integrationskugel entfernt wird.

3) Ein Stecker im Spektrometer muß auf einer anderen Position gesteckt werden.

WARNUNG: Dieser Stecker hat gefährliche Spannung. Das Gerät muß ausgeschaltet und Netzstecker gezogen werden, bevor mit der folgenden Anleitung begonnen wird.

Der Stecker wird wie folgt umgesteckt:

1) Geräteabdeckung öffnen.

2) Befestigungsschrauben am Leiterplattengestell lösen.
Diese befinden sich auf der Gerätegrundplatte zwischen Gestell und Sicherungsplatte.

3) Leiterplattengestell in die vertikale Position schwenken.

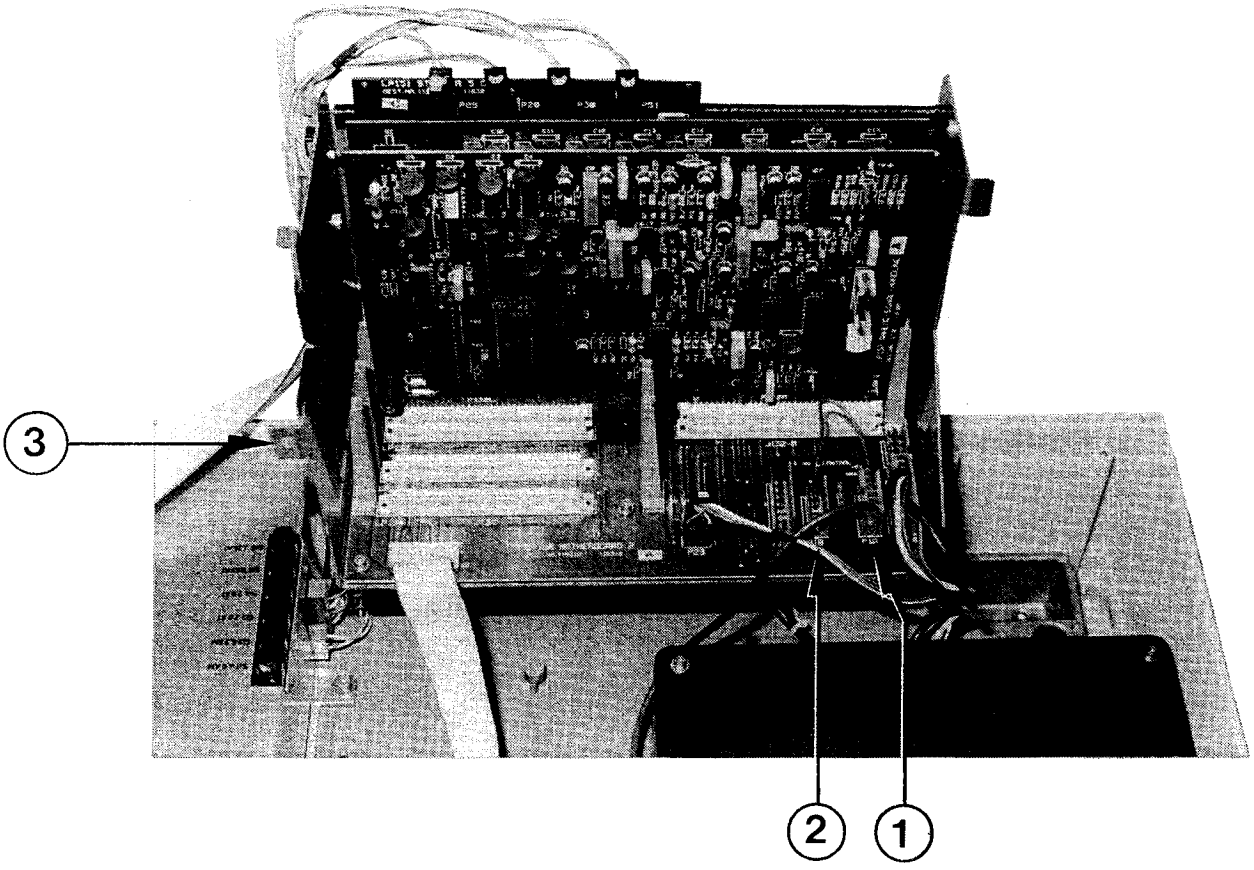
4) Den Anschluß P1A auf der Leiterplatte LP150 auf den Anschluß P1B umstecken.

5) Leiterplattengestell in die horizontale Position zurückschwenken.
Darauf achten, daß keine Kabel gequetscht werden.

6) Geräteabdeckung schließen.

Das Instrument ist damit für die Integrationskugel betriebsfertig.

WICHTIG: Soll das Gerät ohne Integrationskugel betrieben werden, so muß der Stecker im Anschluß P1A gesteckt sein.



Pos. 1 Anschluß P1A
Pos. 2 Anschluß P1B
Pos. 3 Durchführung für Befestigungsschrauben

Bild 8-1. Leiterplattengestell in der vertikalen Position

9. ERSATZTEILE UND ZUBEHÖR

9.1. VERBRAUCHSMATERIAL

	Bestell-Nr.
Druckerpapier für Drucker FX-85 oder EX-800 Endlos-Papier, gefaltet, ohne Vordruck, abtrennbare seitliche Transportperforation, Einzelblatt 240 mm x 12 Zoll. Paket mit 2000 Blatt	113 248
Farbbandkassette für Drucker FX-85, schwarz	156 279
Farbbandkassette für Drucker EX-800, schwarz	168 283
Schreiberpapier für Schreiber R100A/R100	
Standard-Registrierpapier, Unterteilung 0 bis 100, effektive Schreibbreite 230 mm, 15 mm Rand. Packung zu 2 Rollen	132 889
Schreiberpapier für Schreiber 561	
Standard-Registrierpapier zur allgemeinen Verwendung Unterteilung 0 bis 100. Rolle mit ca. 25 m	023 519
Registrierpapier mit linearer Ordinatenunterteilung 0 bis 100 % Durchlässigkeit 0 bis 1 und 0 bis 2 Extinktionen, Abszisse 2fach linear beschriftet von 190 bis 400 nm und von 190 bis 900 nm, Beschriftungsfeld in deutsch, Rolle mit ca. 40 Einzelblättern	081 902
Registrierpapier wie 081 902, jedoch Beschriftungsfeld in englisch	082 136
Faserschreiber für Schreiber R100A/R100 und 561	
Packung zu 10 Stück (4 x schwarz, 2 x rot, 2 x grün, 2 x blau)	101 265
Packung zu 10 Stück, schwarz	101 266
Packung zu 10 Stück, rot	101 267
Packung zu 10 Stück, grün	101 268
Packung zu 10 Stück, blau	101 269

9.2. ERSATZTEILE

	Bestell-Nr.
Wolfram-Halogenlampe (VIS-Bereich), vorjustiert, mit Lampenstecker (Ältere Ausführung (114 620) ohne Lampenstecker nicht mehr lieferbar. Adapter zum Anschluß von 160 917 an ältere Modelle wird mitgeliefert.)	160 917
Deuteriumlampe (UV-Bereich), vorjustiert	114 615
Rändelschraube für Lampenbefestigung	119 371
Sicherungen	
200...240 V Netzanschluß, 4 A, träge Packung zu 10 Stück	155 574
220 V, 3.15 A, träge Packung zu 10 Stück	155 573
Probenraumfenster, Quarz 4 Stück	124 934
Datenübertragungskabel zum Drucker (Im Lieferumfang des Spektrometers)	157 800
Schreibersignalkabel*, abgeschirmt	106 211
Schreibersteuerungskabel* für Schreiber R100A/R100	136 987
Schreibersteuerungskabel* für Schreiber 561	104 465

*) Nicht im Lieferumfang des Spektrometers

9.3. WAHLWEISES ZUBEHÖR

	Bestell-Nr.
Matrixdrucker Epson EX-800 für Text und Graphikdruck. Mit paralleler Schnittstelle (Centronics) und zusätzlicher serieller Schnittstelle (RS-232C) Epson-Nr. 8148; Traktorführung. Bis zu 300 Zeichen/Sekunde, Schönschrift mit 50 Zeichen/Sekunde. Netzanschluß 220 V, 50 Hz. Erforderliches Datenübertragungskabel 157 800 im Lieferumfang des Spektrometers enthalten.	168 281
Matrixdrucker Epson FX-85 für Text und Graphikdruck. Mit serieller Schnittstelle (RS-232C) Epson-Nr. 8148; Traktorführung 158 804 (Epson-Nr. 8301). Bis zu 160 Zeichen/Sekunde, Schönschrift mit 32 Zeichen/Sekunde. Netzanschluß 220 V, 50 Hz. Erforderliches Datenübertragungskabel 157 800 im Lieferumfang des Spektrometers enthalten.	156 278
Schreiber R100A Mikroprozessorgesteuerter Schreiber mit digitalem Feder- und Papierantrieb. 10 Meßbereiche, 12 Papiervorschubgeschwindigkeiten, Schreiberfeder und Papiervorschub extern ansteuerbar, überlagerte Mehrfachregistrierung möglich. Netzanschluß 100/120/220 oder 240 V, einstellbar; 50/60 Hz Enthält Signalkabel und Netzkabel. Zusätzlich erforderlich: Leiterplatte 116 325 mit Steuer-/Analogausgang, Flachbandkabel 124 983 zum internen Anschluß der Leiterplatte an die Spektrometerelektronik, Schreibersteuerungskabel 136 987	141 070
Schreiber 561 Kompensationsschreiber mit schrittmotorgetriebenem Papiervorschub. Meßbereich 10 mV oder 1 V, umschaltbar, Papiervorschub 15/30/60/120/240 oder 480 mm/min, Papiervorschub extern ansteuerbar. Netzanschluß 220 V; 50 Hz Enthält Signalkabel und Netzkabel, Leiterplatte 116 325 mit Steuer-/Analogausgang, Flachbandkabel 124 983 zum internen Anschluß der Leiterplatte an die Spektrometerelektronik, Schreibersteuerungskabel 104 465	124 989

	Bestell-Nr.
Schreiber 561 wie 124 989, jedoch für 115 V; 60 Hz	126 166
Methodenspeicher zum Langzeitspeichern von bis zu 6 Meßmethoden	119 372
Wellenlängenprogramm zum automatischen sequentiellen Einstellen von bis zu 6 verschiedenen Meßwellenlängen	143 696
Kinetik-Paket zur kinetischen Bestimmung von Enzym- und Substratkonzentrationen	143 563
RS-232C-Schnittstelle zum Anschluß des Spektrometers an einen RS-232C-kompatiblen Rechner (z. B. Datenstation 3600/3700)	124 982
Leiterplatte mit Steuer-/Analogausgang zum Anschluß eines Analogschreibers, Meßbereich 1 V. Steuerung des Papiervorschubs durch das Spektrometer. Bei Anschluß des Schreibers R100A überlagerte Mehrfachregisrierung möglich. Zusätzlich erforderlich: Internes Flachbandkabel 124 983, Schreibersteuerungskabel 136 987 (für Schreiber R100A und 561) oder 104 465 (nur für Schreiber 561)	116 325
Zubehörleiterplatte zum Anschluß des Automatischen Küvettenwechslers 127 391, des Probenautomaten 127 390, der Return Sipper 126 829 oder 126 830	124 984
Depolarisator für Messungen mit polarisierter Strahlung	136 995
Reflexionszusatz für Reflexionsmessungen mit variablem Winkel	137 314
Reflexionszusatz zur Messung der Absolutreflexion, Probenpositionierung nach Strong	138 550
Reflexionszusatz für Messungen der gerichteten Reflexion und zur Schichtdickenbestimmung	086 703
Zubehör zur Messung der Transmission von streuenden Proben	136 851
Holmiumoxidglas für Wellenlängenkalibrierung und Funktionstests	080 832

9.4. KÜVETTENHALTER

	Bestell-Nr.
Standardküvettenhalter zur Aufnahme von Rechteckküvetten und Mikroküvetten mit Schichtdicken bis 10 mm. Zwei Halter werden pro Gerät benötigt.	082 185
Langwegrechteckküvettenhalter zur Aufnahme von Rechteckküvetten mit Schichtdicken von 10 bis 100 mm.	080 821
Zylinderküvettenhalter zur Aufnahme aller zylindrischen Küvetten mit Schichtdicken von 10 bis 100 mm, der thermostatisierbaren zylindrischen Küvetten und der Gasküvetten.	082 539
Thermostatisierbarer Küvettenhalter Küvettenhalter mit Wassermantel zur Aufnahme von Rechteckküvetten und Mikroküvetten mit Schichtdicken bis 10 mm.	080 819
Elektronisch thermostatisierbarer Küvettenhalter zur Aufnahme von Standardrechteckküvetten mit 10 mm Schichtdicke, Temperaturbereich 0 bis 100 °C. Zusätzlich erforderlich: entweder Temperaturregler (083 786) oder (083 787)	089 855

9.5. FESTPROBENHALTER

	Bestell-Nr.
Festprobenhalter für Filter, Gläser Filme u. ä. Maximale Probenstärke 5 mm Minimale Probengröße 15 mm x 15 mm	080 822
Preßlinghalter für 13-mm-KBr-Preßlinge	080 823
Festprobenhalter für Durchlichtmessungen mit der Integrationskugel 110 653 oder 094 012	103 303
Festprobenhalter mit variablem Winkel 0° bis 60° Minimale Probengröße 30 mm x 40 mm	152 471

9.6. INTEGRATIONSKUGELN

	Bestell-Nr.
Integrationskugel für Farbmessungen an festen Proben und Durchlässigkeitsmessungen an streuenden Lösungen. Enthält Küvettenhalter für flüssige Proben, Probenhalter für Reflexionsmessungen, Mikroblende und Probenraumdeckel. Der nachträgliche Einbau sollte vom Perkin-Elmer Kundendienst vorgenommen werden.	094 012
Externe Integrationskugel für Farbmessungen an festen Proben außerhalb des Spektrometerprobenraums. Zusätzlich erforderlich: Probenraumdeckel 094 014 Der nachträgliche Einbau sollte vom Perkin-Elmer Kundendienst vorgenommen werden.	110 653

9.7. TEMPERATURREGELEINHEITEN

	Bestell-Nr.
Digitaler Temperaturregler Erlaubt digitale Einstellung und Ablesung auf 0.1 °C. Arbeitsbereich von 0 bis 110 °C für Probe- und Vergleichsküvette. Zusätzlich wird das Zubehörgehäuse (083 788) benötigt.	083 786
Temperaturregler Eine low-cost Version mit Temperaturkonstanz von 1 °C. Arbeitsbereich 0 bis 99 °C. Zusätzlich wird das Zubehörgehäuse (083 788) benötigt.	083 787
Zubehörgehäuse Zum Einbau von zwei Zubehörsteuereinheiten.	083 788
Temperatur-Programmer Zubehör zum Temperaturregler (083 787)	088 751
Zirkulations-Thermostat, Typ U3 Ermöglicht die Temperaturregulierung der thermostatisierten Küvetten mit Wassermantel. Temperaturen zwischen 20 °C und 65 °C oder festeinstellbare Temperaturen bei 25, 37 und 56 °C können vorgegeben werden. Die Temperaturstabilität beträgt $\pm$ 0.02 °C. Eine eingebaute Kühlvorrichtung ermöglicht die genaue Temperaturregulation nahe Umgebungstemperatur.	080 171

Automatische Probenzuführung

	Bestell-Nr.
Return Sipper, Thermoelektrisch Für sequentielle Probennahme mittels einer Schlauchpumpe. Empfohlenes minimales Probenvolumen 400 µl für 250 µl Mikroküvette. Standardmäßige Probenrückführung. Thermoelektrische Temperatursteuerung für vier einstellbare Temperaturen 25, 30, 32 und 37 °C.	126 830
Return Sipper, Nicht-Thermoelektrisch wie oben, jedoch ohne thermostatisierte Mikroküvette.	126 829
Multi Sampler Automatischer Probenwechsler für bis zu 210 Proben.	126 831
Single Sipper Zum Ansaugen einer Probe aus beliebigen Behältern und Weitertransport zu einer Durchflußküvette im Probenraum. Verwendung für halbautomatische Arbeitsweise oder mit Multi Sampler (126 831) für vollautomatische Arbeitsweise.	127 393

Erforderliche
Zubehörleiterplatte (124 984)
Zubehör-Probenraumabdeckung (094 014)
Pumpeneinheit (084 183) und
Mikro-Durchflußküvette

9.8. ZUBEHÖR FÜR DIE PROBENHANDHABUNG

9.8.1. AUTOMATISCHE PROBENZUFÜHRSYSTEME

Bestell-Nr.

Lineare, automatische Wechselsysteme

Automatische, lineare Küvettenwechselsysteme transportieren automatisch Küvetten nacheinander in die Strahlengänge des Spektrophotometers.

Küvettentransporter — 127 391

Für 6 + 6 und 5 + 5 Küvettenhalter.
Mit Schalter für wahlweise Arbeitsweise.
Erforderliche Steuereinheit (124 984) und eine der folgenden Küvettenhalter:
6 + 6 (120 767)
5 + 5 (099 357), (099 358), (126 849)

Steuereinheit — 124 984

Leiterplatte im Instrument installiert.
Erforderlich für Küvettentransporter (127 391) und andere Zubehöre.

6 + 6 Küvettenhalter — 120 767

Küvettenhalter mit Wassermantel
für bis zu je 6 Probe- und Vergleichs-Küvetten mit 10 mm Schichtdicke.

9.8.2. TRICHTERKÜVETTENZUSÄTZE

	Bestell-Nr.
Trichterküvettenpaket, 10 mm	104 729
bestehend aus:	
Trichterküvettenzusatz (103 060)	
Trichter Ø 35 mm (084 038)	
Quarz Ansaugküvette 10 mm Schichttiefe (084 039)	
Ansaugpumpe (084 183)	
Trichterküvettenpaket, 50 mm	104 728
bestehend aus:	
Trichterküvettenzusatz (103 060)	
Trichter Ø 50 mm (103 733)	
Quarz Ansaugküvette 50 mm Schichttiefe (103 732)	
Rechteck Langwegküvettenhalter (080 821)	
Absaugpumpe (084 183)	
Trichterküvettenzusatz	103 060
bestehend aus:	
Schläuchen, Absaugventil, etc.	
Zusätzlich erforderlich: Absaugpumpe (084 183)	
Absaugküvette und Trichter	
Absaugküvette, Suprasil, 10 mm Schichttiefe	084 039
Suprasil, 50 mm Schichttiefe	103 732
erfordert Langwegküvettenhalter (080 821)	
Trichter, Glas Ø 35 mm, für 084 039	084 038
Glas Ø 50 mm, für 103 732	103 733
Ansaugpumpe	084 183
bestehend aus:	
Vacuumpumpe, Abfallflasche (1 ltr.)	
und Schläuchen	

9.8.3. KÜVETTENWECHSELSYSTEME

	Bestell-Nr.
Lineare, manuelle Wechselsysteme	094 016
Linearer 5 + 1 Küvettenwechsler Manuell betriebener Küvettenwechsler, mit dem bis zu fünf Probenküvetten nacheinander genau in den Probestrahl gefahren werden können, während eine Küvette fest im Vergleichsstrahl bleibt. Zum Betrieb wird benötigt entweder Küvettenhalter (089 429; nicht-thermostatisierbar, für Küvetten bis 50 mm Schichtdicke) oder Küvettenhalter (089 416; thermostatisierbar, für Küvetten bis 10 mm Schichtdicke) sowie Zubehördeckel (094 014)	
Linearer 5 + 5 Küvettenwechsler	099 356
Manuell betriebener Küvettenwechsler, mit dem bis zu fünf Probeküvetten und gleichzeitig bis zu fünf Vergleichsküvetten nacheinander genau in Probe- und Vergleichsstrahl gefahren werden. Zum Betrieb wird benötigt entweder Küvettenhalter (099 357; nicht-thermostatisierbar, für Küvetten bis 50 mm Schichtdicke oder Küvettenhalter (099 358; thermostatisierbar, für Küvetten bis 10 mm Schichtdicke) sowie Zubehördeckel (094 014)	
Zubehördeckel	094 014
erforderlich für manuellen Küvettenwechsler	
5 + 1 Küvettenhalter	089 429
Nicht-thermostatisierbar, für Linearen 5 + 1 Küvettenwechsler (094 016) oder Linearen 5 + 1 Küvettentransporter (089 568). Zur Aufnahme von Rechteckküvetten bis 50 mm Schichtdicke.	
5 + 1 Küvettenhalter	089 416
Mit Wassermantel, thermostatisierbar. Zur Aufnahme von Rechteckküvetten bis zu 10 mm Schichtdicke.	

	Bestell-Nr.
5 + 5 Küvettenhalter Nicht-thermostatisierbar, für Linearen 5 + 5 Küvettenwechsler (099 356) oder Linearen 5 + 5 Küvettentransporter (103 753). Zur Aufnahme von Rechteckküvetten bis zu 50 mm Schichtdicke.	099 357
5 + 5 Küvettenhalter Mit Wassermantel, thermostatisierbar. Zur Aufnahme von Rechteckküvetten bis zu 10 mm Schichtdicke.	099 358
Thermoelektrischer 5-Küvettenhalter Zur Aufnahme von 5 Küvetten mit 10 mm Schichtdicke. Installiert auf der Probenposition des 5 + 5 Küvettenwechslers. Thermoelektrische Temperaturkontrolle von 10 °C bis 95 °C. Eine Umrührung wird durch einen Rührmagneten (126 987) erzielt. Ein Digitaler Temperaturregler (083 786) mit Zubehörgehäuse (083 788) ist erforderlich.	129 986
Thermoelektrischer 5 + 5 Küvettenhalter Zur Aufnahme von 5 Probe- und 5 Vergleichs-Küvetten mit 10 mm Schichtdicke. Installiert auf dem 5 + 5 Küvettenwechsler. Thermoelektrische Temperaturkontrolle von 10 °C bis 95 °C. Eine Umrührung wird durch einen Rührmagneten (126 987) erzielt. Ein Digitaler Temperaturregler (083 786) mit Zubehörgehäuse (083 788) ist erforderlich.	126 849
Rührmagnet Einen für jede Küvette erforderlich.	126 987

9.9. KÜVETTEN

9.9.1. RECHTECKKÜVETTEN

Offene Rechteckküvetten

Für Routineuntersuchungen, bei denen die Flüchtigkeit des Lösemittels keine Probleme verursacht, werden zumeist offene Rechteckküvetten mit PTFE-Falzdeckel benutzt, weil sie sehr einfach zu füllen und zu reinigen sind. Die Küvetten sind 45 mm hoch (48 mm mit Deckel), außen 12.5 mm und innen 10 mm breit.
Küvetten mit verschiedenen optischen Schichtdicken werden angeboten und immer paarweise geliefert.

Schichtdicke mm	Toleranz mm	Bestell-Nr.		
		Glas	Optisches Spezialglas	Quarz (Suprasil®)
10	± 0.1	079 956		
10	± 0.01		079 391	079 392
20	± 0.1	079 957		
20	± 0.01		079 393	079 394
40	± 0.02		079 395	
40	± 0.01			079 396
50			093 186	093 187
100			081 915	081 916

Rechteckküvetten mit Stopfen

Küvetten mit Stopfen werden verwendet zum Arbeiten mit leicht flüchtigen oder aggressiven Proben. Die große Einfüllöffnung erlaubt leichtes Füllen und Reinigen der Küvette. Die Küvetten sind mit genormten Kegelschliffhülsen versehen und werden mit entsprechenden PTFE-Stopfen verschlossen. Die Höhe der Küvetten mißt 46 mm (54 mm mit Stopfen), während die Breite außen 12.5 mm und innen 10 mm beträgt. Küvetten mit verschiedenen optischen Schichtdicken werden angeboten und immer paarweise geliefert.

Schichtdicke mm	Toleranz mm	Bestell-Nr.	
		Optisches Spezialglas	Quarz (Suprasil®)
1	± 0.01	079 379	079 380
2	± 0.01	079 381	079 382
5	± 0.01	079 383	079 384
10	± 0.01	079 385	079 386
20	± 0.01	079 387	079 388
40	± 0.02	079 389	
40	± 0.01		079 390
50		093 182	032 700

Distanzstücke für Rechteckküvetten

Rechteckküvetten mit geringeren Schichtdicken als 10 mm erfordern Distanzstücke, damit die Küvetten in Standardküvettenhalter eingesetzt werden können. Die Distanzstücke bestehen aus einer Speziallegierung und werden paarweise geliefert.

	Bestell-Nr.
Distanzstücke für Küvetten	
mit 1 mm Schichtdicke	079 413
mit 2 mm Schichtdicke	079 414
mit 5 mm Schichtdicke	079 415

9.9.2. MIKROKÜVETTEN

Mikroküvetten haben kleinere innere Abmessungen und daher können mit ihnen Messungen mit sehr kleinem Probevolumen durchgeführt werden. Die Wände der Mikroküvetten sind geschwärzt, dadurch wirken sie wie eine Blende und störende Lichtreflexion der Seitenwände wird vermieden.

Offene Mikroküvetten, mit Deckel, schwarze Seitenwände, 45 mm hoch (mit Deckel 48 mm) und 12.5 mm breit.

Schicht-dicke mm	Toleranz mm	Innere Breite mm	Volumen ml	Optisches Spezialglas	Quarz (Suprasil®)
10	± 0.01	4	0.4	079 397	079 398
10	± 0.01	2	0.2	079 399	079 400

Mikroküvetten mit Stopfen, schwarze Seitenwände, 46 mm hoch (mit Stopfen 54 mm) und 12.5 mm breit.

Schicht-dicke mm	Toleranz mm	Innere Breite mm	Volumen ml	Optisches Spezialglas	Quarz (Suprasil®)
10	± 0.01	4	0.4	079 401	079 402
10	± 0.01	2	0.2	079 403	079 404

9.9.3. ZYLINDERKÜVETTEN

Zylindrische Küvetten mit Schichtdicken bis 100 mm sind lieferbar. Die Einfüllöffnungen bestehen aus NS-Hülsen und sind mit PTFE-Stopfen verschließbar. Äußerer Durchmesser beträgt 22 mm und innerer Durchmesser 19 mm.

Schicht-dicke mm	Toleranz mm	Volumen ml	Optisches Spezialglas	Quarz (Suprasil®)
10	± 0.01	3	080 233	070 605
20	± 0.01	6	070 609	070 606
50*	± 0.02	15	070 610	
50*	± 0.01	15		070 607
100*	± 0.02	30	070 611	
100*	± 0.01	30		070 608

*Diese Küvetten haben zwei mit Stopfen verschließbare Einfüllstutzen

Alle Küvetten benötigen Zylinderküvettenhalter (082 539).

9.9.4. THERMOSTATISIERBARE ZYLINDERKÜVETTEN

Diese Küvetten sind mit einem angeschmolzenen Temperiermantel versehen. Mit Hilfe eines Umwälzthermostats können Proben in der Zylinderküvette thermostatisiert werden. Die Küvetten haben Normschliffhülsen als Einfüllöffnung, die mit PTFE-Stopfen verschließbar sind. Die Schläuche für die Temperierflüssigkeit werden an Oliven angeschlossen. Die Küvettenfenster bestehen aus Suprasil®. Äußerer Durchmesser beträgt 22 mm und innerer Durchmesser 10 mm. Diese Küvetten benötigen zusätzlich Masken (081 401) und einen Umwälzthermostat.

Schicht-dicke mm	Volumen ml	Bestell-Nr.
20	1.5	079 406
50	4	079 407
100	7.5	079 408

Für die Zylinderküvetten werden Zylinderküvettenhalter benötigt (082 539).

9.9.5. GASKÜVETTEN

Mit diesen Küvetten können Spektren von Gasen registriert werden. Sie bestehen aus Glaszylindern mit Fenstern aus Quarz, zwei Absperrhähnen und Anschlußschläuchen. Gasküvetten werden in Zylinderküvettenhalter (082 539) eingesetzt.

Schichtdicke mm	Bestell-Nr.
50	084 003
100	080 834

9.9.6. MIKRODURCHFLUSSKÜVETTEN

Mikroküvetten haben eine quadratische Basis mit 12.5 mm Kantenlänge und geschwärzte Seitenwände. Das Volumen beträgt 250 µl mit 10 mm Schichtdicke. Alle Durchflußküvetten haben die Schlauchanschlüsse für Ein- und Auslaß oben. Die Flüssigkeit tritt jedoch von unten in die eigentliche Meßzelle ein. Der Boden verläuft leicht schräg, um Rückmischungen und Turbulenzen zu vermeiden. In die Küvette gelangte Luftblasen werden sofort und restlos durch die trichterförmige Öffnung oben in der Zelle herausgespült.

Die Mikroküvetten (068 099) und (083 783) sind zusätzlich mit einem Temperiermantel versehen. Dadurch können die Durchflußküvetten über einen angeschlossenen Umwälzthermostat thermostatisiert werden. Die Schlauchanschlüsse für Ein- und Ausgang der Temperierflüssigkeit sind oben angebracht.

	Bestell-Nr.
Thermostatisierbare Mikrodurchflußküvette Inhalt 250 µl, Schichtdicke 10 mm, Fenster aus optischem Glas	068 099
Thermostatisierbare Mikrodurchflußküvette wie oben, jedoch Fenster aus Suprasil®	083 783
Mikrodurchflußküvette Inhalt 250 µl, Schichtdicke 10 mm, Fenster aus optischem Glas	068 100
Mikrodurchflußküvette wie oben, jedoch Fenster aus Suprasil®	068 101

Folgende Mikrodurchflußküvetten haben Zirkulationskammern. Für Anwendungen, bei denen Spektren registriert werden, sind diese nicht empfohlen.

Schichtdicke mm	Kammer Durchmesser	Material	Bestell-Nr.
10	3 mm	Suprasil®	079 139
50	4 mm	Optisches Spezial-glas	107 747
50	4 mm	Suprasil®	109 944

9.9.7. KÜVETTEN FÜR DIE HOCHDRUCK-FLÜSSIGCHROMATOGRAPHIE

	Bestell-Nr.
LC Mikro-Durchflußküvette mit Zubehör, für Probenposition	110 999
Für Referenzposition (kann nur mit 110 999 verwendet werden)	112 662

Diese Hochdruck-Durchflußküvetten eignen sich für flüssigchromatographiche Anwendungen.

Die Zubehörliste dieses Abschnitts war gültig beim Herausgeben des Handbuchs (für Datum siehe Frontdeckel). Eventuell zwischenzeitlich aufgetretene Änderungen können den jüngsten Prospektunterlagen entnommen werden.

Ihr zuständiges Perkin-Elmer-Verkaufsbüro oder entsprechende Vertretung gibt Ihnen gerne Auskunft über weitere Zubehöre und Literatur zur Anwendung.

PERKIN-ELMER

Bodenseewerk
Perkin-Elmer & Co GmbH

Postfach 1120
D-7770 Überlingen

A N H A N G A

ANSCHLUSS EINES ANALOGSCHREIBERS R100A, R100 ODER 561 AN DAS SPEKTROMETER LAMBDA 15/17

1. B E S C H R E I B U N G

Wenn zusätzlich zum Drucker ein Schreiber an das Spektrometer angeschlossen wird, können während der Messung die Ordinatensignale aufgezeichnet werden und parallel dazu die Meßdaten digital über den Drucker ausgegeben werden (RECORDER-Eingabe PRINT DATA).

Für den Anschluß eines Laborschreibers R100A, R100 oder 561 muß das Spektrometer mit einem speziellen Steuer-/Analogausgang ausgestattet sein.
Dazu erforderlich ist die Leiterplatte B011-6325 mit den Anschlußkontakten und das Flachbandkabel B012-4983 zum Anschluß dieser Leiterplatte an die Elektronik des Spektrometers.

Bei Bestellung des Schreibers 561 über die Bestell-Nr. B012-4989 werden diese Teile sowie die erforderlichen Schreibersignal- und -steuerkabel mitgeliefert.

Für den Anschluß des Schreibers R100A (Bestell-Nr. B014-1070) oder R100 (nicht mehr lieferbar) müssen die Leiterplatte B011-6325, das Kabel B012-4983 und das Schreibersteuerungskabel B013-6987 separat bestellt werden.

Der nachträgliche Einbau des Steuer-/Analogausgangs sollte nur vom Perkin-Elmer Kundendienst durchgeführt werden.

Wenn der Schreiber mit dem Schreibersteuerungskabel an den Steuerausgang angeschlossen ist, wird der Start und Stop des Schreiber-Papiervorschubs vom Spektrometer gesteuert.
Mit dem Schreiber R100A oder R100 ist sowohl serielle als auch mehfach überlagerte (Overlay-)Registrierung möglich.
An dem Steuerausgang befindet sich ein Kippschalter, mit dem die externe Schreibersteuerung für serielle oder überlagerte Registrierung vorgewählt wird.

Perkin-Elmer is a trademark of the Perkin-Elmer Corporation

2. ANSCHLUSS

WICHTIG: Die Installation des Steuer-/Analogausgangs sollte nur vom Perkin-Elmer Kundendienst durchgeführt werden.
Versuchen Sie bitte nicht, die Installtion selbst durchzuführen.

Bitte berücksichtigen Sie beim Anschluß des Schreibers die entsprechenden Angaben im Handbuch zum Schreiber.
Schalten Sie das Spektrometer aus, bevor Sie mit dem Schreiberanschluß beginnen.

Die Schreiber werden über die Signal- und Steuerkabel angeschlossen wie in den folgenden Bilder schematisch dargestellt.

2.1. SCHREIBER R100A, R100

1. Schreibersignalkabel B013-2892

(Im Lieferumfang des Schreibers enthalten)

1) Die Bananenstecker am Analogsignaleingang in der Rückseite des Schreibers den Farbcodierungen entsprechend einstecken.

   Rot = High (H ; +)

   Schwarz = Low (L ; -)

   Dritte Leitung auf Erde (GND)

2) Die einzelnen Leitungen des Signalkabels den Farbcodierungen entsprechend an den Buchsen des Analogausgangs befestigen.
   Dritte Leitung freilassen.

   Wenn man den Kunststoffmantel der Buchsen nach vorne zieht, kann man den Vorderteil der Buchsen losdrehen und daran die Leitungen anbringen und durch Festdrehen des Buchsenteils befestigen.

2. Schreibersteuerungskabel B013-6987

Dieses Kabel muß separat bestellt werden.

1) Die einzelnen Leitungen des Kabels an der Klemmleiste an der Rückseite des Schreibers anschließen:

   Leitung 1 an Klemme 1 (GND)

   Leitung 6 an Klemme 6 (STOP/RUN)

   Leitung 8 an Klemme 8 (AUTO/RETURN)

2) Runden, 5poligen Stecker in die Buchse J56 des Steuerausgangs (neben Analogausgang) in der Rückseite des Spektrometers einstecken.

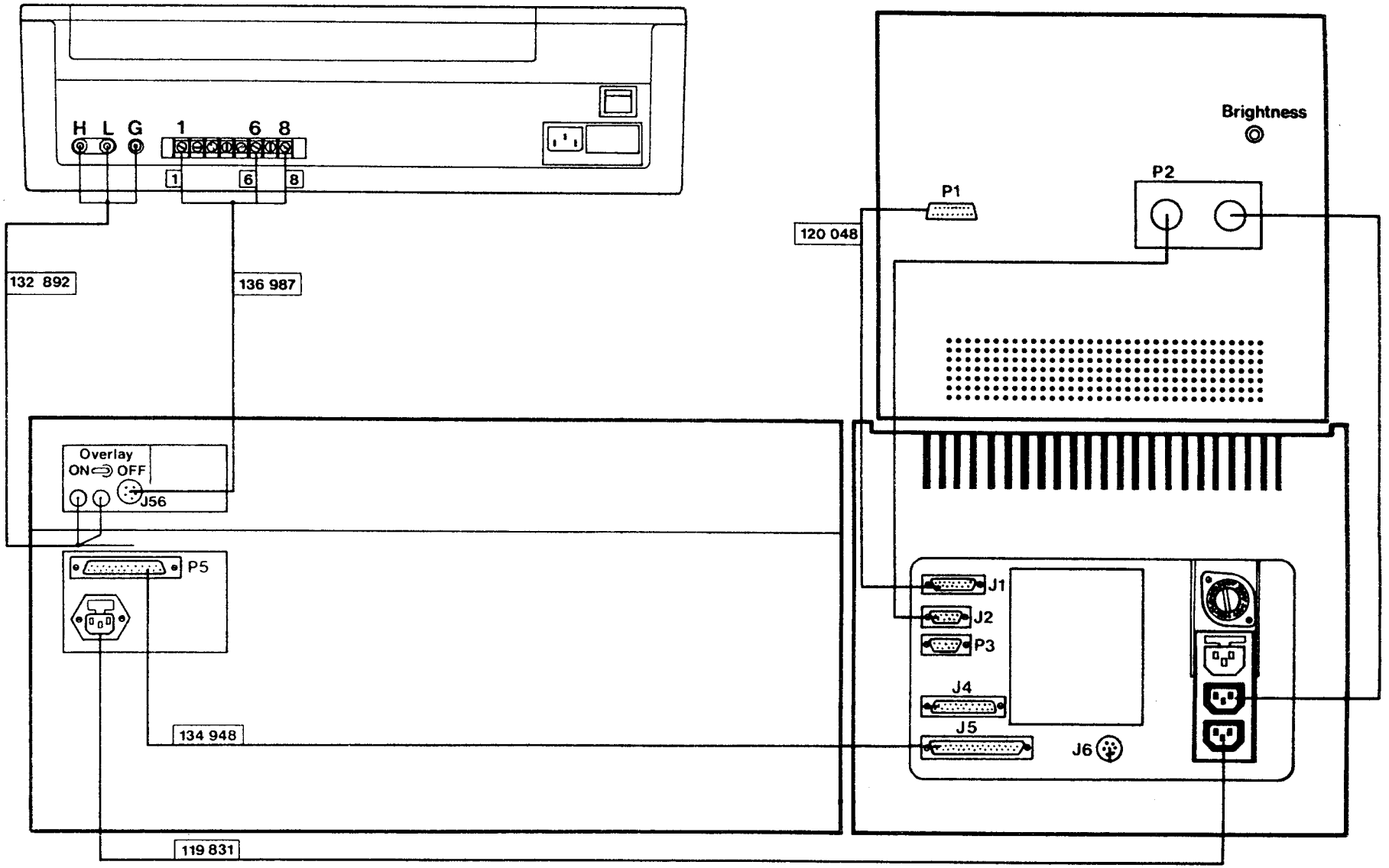


Bild A-1. Anschlußschema Schreiber R100A/R100

2.2. SCHREIBER 561

1. Schreibersignalkabel B010-6211

(Im Lieferumfang des Schreibers enthalten)

1) Die einzelnen Leitungen des Signalkabels an der Klemmleiste INPUT hinten am Schreiber anschließen:

   Leitung H an Klemme H (High)

   Leitung L an Klemme L (Low)

   Leitung G an Klemme G (Ground)

2) Die Bananenstecker am Analogausgang in der Rückseite des Spektrometers den Farbcodierungen entsprechend einstecken:

   Rot = High (H ; +)

   Schwarz = Low (L ; -)

3) Meßbereichseinsteller RANGE des Schreibers auf 1 V einstellen.

2. Schreibersteuerungskabel B010-4465

Dieses Kabel muß separat bestellt werden.
Bei Bestellung des Schreibers 561 mit Bestell-Nr. B012-4989 wird dieses Kabel mitgeliefert.

1) Die Leitungen mit den Kabelschuhen an den Klemmen 1 und 2 CHART REMOTE auf der Klemmleiste hinten am Schreiber anschließen (Polarität ist egal).

2) Runden, 5poligen Stecker in die Buchse J56 des Steuerausgangs (neben Analogausgang) in der Rückseite des Spektrometers einstecken.

3) Schalter Overlay in der Anschlußplatte auf 'OFF' stellen.

ACHTUNG:
1. Schließen Sie niemals eine Leitung an der Klemme 3 des Schreibers an.
2. Es dürfen nur Schreiber mit Niederspannungsausgang (max. 24 V) für die externe Ansteuerung des Papiervorschubs direkt an das Spektrometer angeschlossen werden. Versuchen Sie niemals, einen Schreiber mit höherer Ausgangsspannung (z. B. Schreiber 56) direkt an das Spektrometer anzuschließen; BESCHÄDIGUNG des SPEKTROMETERS könnte die Folge sein.

ANMERKUNG: Die Signalkabel können unter den Schreibertypen R100A/R100 und 561 ausgetauscht werden.
Sie müssen nur, bedingt durch ihre Konstruktion, unterschiedlich an den Signalausgängen befestigt werden.
Das Steuerungskabel B013-6987 für den Schreiber R100A/R100 kann auch für den Schreiber 561 verwendet werden.
In diesem Fall bleibt die Steuerleitung 8 frei und wird nicht angeschlossen; der freie Kabelschuh sollte mit Isolierband umwickelt werden.

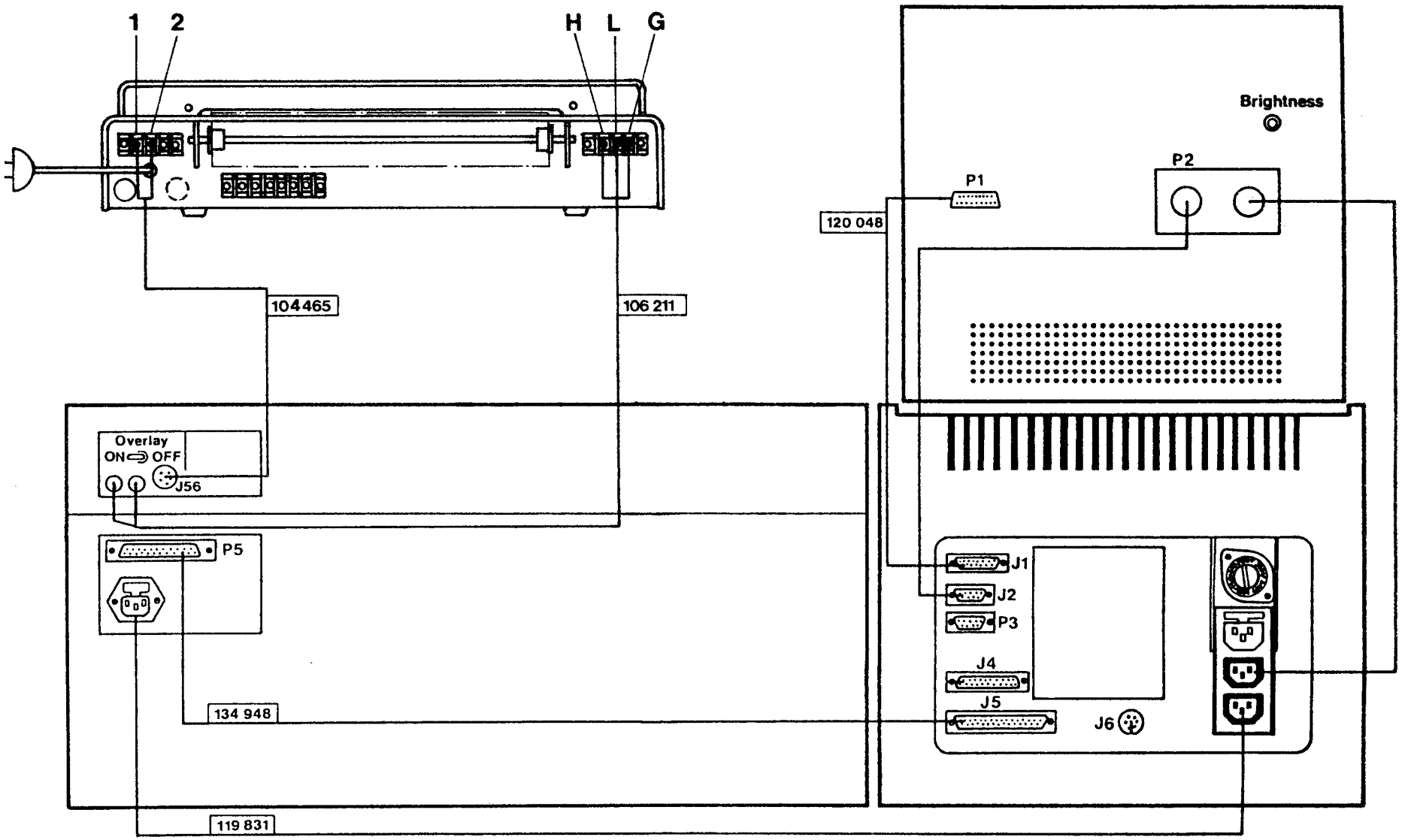


Bild A-2. Anschlußschema Schreiber 561

3. BETRIEB

3.1. ALLGEMEINES

Wenn nur der Analogschreiber und kein Drucker an das Spektrometer angeschlossen ist, stehen für den Schreiber nur die RECORDER-Eingaben ON und OFF (Parameterseite) zur Wahl.
Bei RECORDER-Eingabe OFF ist der Analogausgang des Spektrometers ausgeschaltet; der Schreiber empfängt kein Signal.

Wenn ein Schreiber R100A/R100 angeschlossen ist, erfolgt die Schreiberaufzeichnung
- immer seriell, wenn der Schalter Overlay ON/OFF auf der Anschlußplatte des Steuer-/Analogausgangs auf 'OFF' steht und
- immer überlagert, wenn der Schalter auf 'ON' steht.

Berücksichtigen Sie bitte beim Betrieb des Schreibers auch die entsprechenden Angaben im Handbuch des Schreibers.

3.2. OVERLAY-REGISTRIERUNG

WICHTIG: Mehrfach überlagerte Registrierung (Overlay) ist nur mit einem Schreiber R100A oder R100 möglich.

Am Schreiber R100A/R100 kann die Funktion AUTO RTN (automatischer Papierrücktransport auf Start-Position) über die Klemmanschlüsse (potentialfreie Schließrelais) 1 und 6 extern angesteuert werden.
Dadurch ist es möglich, nacheinander beliebig viele Spektren übereinander zu registrieren (Overlay-Betrieb).

Zum Overlay-Betrieb muß der Schreiber ans Spektrometer angeschlossen sein wie im Bild A-1 schematisch dargestellt.
Der Schalter Overlay auf der Anschlußplatte des Steuerausgangs muß auf 'ON' gestellt sein.

1) Spektrometer einschalten und gewünschte Geräteparameter eingeben.

2) Schreiber einschalten.
   Meßbereich RNGE auf 1000 mV einstellen.
   Gewünschte Papiervorschubgeschwindigkeit SPD vorwählen.

3) Schreiberpapier auf Start-Position setzen.

4) Start-Position durch Drücken der Taste AUTO ADV am Schreiber festlegen.

   HINWEIS: Dies ist bei der ersten Serie der Overlay-Registrierungen nach Einschalten des Schreibers nicht erforderlich.
   Es muß aber vor Beginn jeder weiteren Serie mit Overlay-Registrierungen durchgeführt werden, weil sonst das Registrierpapier bis zur Start-Position der ersten Overlay-Registrierungsserie (nach Einschalten des Schreibers) zurücktransportiert wird.

5) Registrierung durch Drücken von RUN/STOP am Spektrometer starten.

   Sobald das Spektrometer mit dem Scan beginnt, wird gleichzeitig die Schreiberfeder auf das Registrierpapier abgesenkt und der Papiervorschub gestartet.
   Sobald der Scan beendet ist, wird der Papiervorschub gestoppt, die Schreiberfeder angehoben und dann das Registrierpapier auf die Start-Position zurücktransportiert.

6) Der im Schritt 5 beschriebene Vorgang kann durch Drücken der RUN/STOP-Taste des Spektrometers beliebig oft wiederholt werden.

7) Aur Aufzeichnung der nächsten Overlay-Registrierungsserie den beschriebenen Vorgang ab einschließlich Schritt 3 wiederholen.

3.3. SERIELLE REGISTRIERUNG

3.3.1. MIT SCHREIBER R100A/R100

Zum seriellen Betrieb muß der Schreiber an das Spektrometer angeschlossen sein wie im Bild A-1 schematisch dargestellt.
Der Schalter Overlay in der Anschlußplatte des Steuerausgangs muß auf 'OFF' gestellt sein.

Die Meßsignalregistrierung durchführen wie in den Schritten 1 bis 5 des Abschnitts 3.2 beschrieben.
Nach dem Ende der Meßdatenaufnahme stoppt der Papiervorschub und die Schreiberfeder bleibt abgesenkt.
Zur anschließenden Registrierung der nächsten Messung die Schreiberfeder anheben (Taste PEN LIFT) und Taste AUTO ADV ein- oder mehrmals drücken.
Anschließend die nächste Messung durch Drücken von RUN/STOP am Spektrometer starten.

Falls nach einer beendeten Meßsignalaufzeichnung das Registrierpapier auf die Start-Position zurücktransportiert werden soll, Taste AUTO RTN am Schreiber drücken.

3.3.2 MIT SCHREIBER 561

Der Schreiber muß an das Spektrometer angeschlossen sein wie im Bild A-2 schematisch dargestellt.

WICHTIG: Wenn ein Schreiber 561 an das Spektrometer angeschlossen ist, muß der Schalter Overlay ON/OFF auf der Anschlußplatte des Steuer-/Analogausgangs auf 'OFF' gestellt sein.

1) Spektrometer einschalten und gewünschte Geräteparameter eingeben.

2) Schreiber einschalten.
   Meßbereich RANGE auf 1 V einstellen.
   Gewünschte Papiervorschubgeschwindigkeit einstellen.

3) Registrierpapier auf Start-Position setzen.

4) Meßsignalregistrierung durch Drücken von RUN/STOP am Spektrometer starten.

   Sobald das Spektrometer mit der Meßdatenaufnahme beginnt, wird der Papiervorschub gestartet.
   Sobald die Messung beendet ist, wird der Papiervorschub gestoppt.

5) Zur anschließenden Registrierung der nächsten Messung die Schreiberfeder anheben und das Papier auf die nächste Start-Position setzen.

PERKIN-ELMER

Bodenseewerk
Perkin-Elmer & Co GmbH

Postfach 1120
D-7770 Überlingen

A N H A N G B

ANMERKUNG ZUM BETRIEB DES SPEKTROMETERS MIT EINEM MULTISAMPLER

Ergänzung zu den Druckschriften
B2100 (Betriebsanleitung Single Sipper)
B2105 (Betriebsanleitung Return Sippers)

Wenn an das Spektrometer ein Multisampler angeschlossen ist und auf der Methodenseite (Page 1) durch Drücken der Soft Key MULTISAMPLING der Betrieb mit dem Multisampler programmiert worden ist, sind auf der Parameterseite (Page 2) in der Parameterzeile SAMPLE NO zusätzliche Soft-Key-Funktionen zugänglich.

Die angebotenen zusätzlichen Soft-Key-Funktionen hängen davon ab, ob Spektrenaufnahme (Methode SCAN/MULTISAMPLER) oder zeitabhängige Messung bei fester Wellenlänge (z. B. Methode TIME DRIVE/MULTISAMPLER) am Spektrometer eingestellt worden ist.

Perkin-Elmer is a trademark of the Perkin-Elmer Corporation

Bedeutung/Funktion der zusätzlichen Soft Keys:

A) Methode SCAN/MULTISAMPLER ist programmiert

Soft Key	Bedeutung/Funktion
MEMORIZE* SAMPLE	**Speicherung** des Spektrums einer bestimmten Probe innerhalb der programmierten Probensequenz. (Die erste und letzte Probe der Probensequenz wird begrenzt durch die numerische Eingabe von NEXT SAMPLE und STOP SAMPLE.) Gewünschte Probennummer eintippen, anschließend Soft Key MEMORIZE SAMPLE drücken. Erlaubter Eingabebereich: 0...999 Das gespeicherte Spektrum bleibt so lange erhalten bis innerhalb der programmierten Probensequenz ein neues Spektrum gespeichert wird. Das zuletzt gespeicherte Spektrum bleibt für die nachfolgende Probensequenz erhalten, wenn die neue Eingabe für NEXT SAMPLE größer ist als die zuvor eingegebene Nummer für MEMORIZE SAMPLE. Durch die numerische Eingabe für MEMORIZE SAMPLE wird immer der gesamte Graphikspeicher als Datei benutzt (4080 Datenpunkte speicherbar); es ist nicht möglich, den Speicher in mehrere Dateien aufzuteilen. Wenn für MEMORIZE SAMPLE kein numerischer Wert eingegeben wird, erfolgt keine Speicherung eines Spektrums.
ADD * SAMPLE	**Addition** des gespeicherten Spektrums zu dem Spektrum einer bestimmten Probe innerhalb der programmierten Probensequenz (s. o.). Gewünschte Probennummer eintippen, anschließend Soft Key ADD SAMPLE drücken. Erlaubter Eingabebereich: 0...999 Die Addition erfolgt On-line und das Resultat wird sofort auf der Graphikseite dargestellt bzw. ausgeplottet. Weder das Originalspektrum der Probe noch das Resultat werden gespeichert. Funktion ADD SAMPLE kann nur alternativ zu SUB SAMPLE (s. u.) programmiert werden.
SUB * SAMPLE	Analog zur Funktion ADD SAMPLE, jedoch die On-line-Spektren-**Subtraktion** betreffend.

B) Methode zur Messung bei fester Wellenlänge ist programmiert
(z. B. TIME DRIVE/MULTISAMPLER)

Soft Key	Bedeutung/Funktion
MEMORIZE* SAMPLE	Speicherung der Messung einer bestimmten Probe innerhalb der programmierten Probensequenz. (Die erste und letzte Probe der Probensequenz wird begrenzt durch die numerische Eingabe von NEXT SAMPLE und STOP SAMPLE.) Gewünschte Probennummer eintippen, anschließend Soft Key MEMORIZE SAMPLE drücken. Erlaubter Eingabebereich: 0...999 Die gespeicherte Messung bleibt so lange erhalten bis innerhalb der programmierten Probensequenz eine neue Messung gespeichert wird. Durch die numerische Eingabe für MEMORIZE SAMPLE wird immer der gesamte Graphikspeicher als Datei benutzt (4080 Datenpunkte speicherbar); es ist nicht möglich, den Speicher in mehrere Dateien aufzuteilen. Wenn für MEMORIZE SAMPLE kein numerischer Wert eingegeben wird, erfolgt keine Speicherung einer Messung.

Perkin-Elmer-Büros in Ihrer Nähe:

Bundesrepublik Deutschland

Perkin-Elmer Verkauf GmbH
Instrumentelle Analytik
Wrangelstraße 11/12
1000 Berlin 41
Telefon (0 30) 7 91 20 96

Perkin-Elmer Verkauf GmbH
Instrumentelle Analytik
Cuxhafener Straße 386
2104 Hamburg 92
Telefon (0 40) 70 10 02-0

Perkin-Elmer Verkauf GmbH
Instrumentelle Analytik
Fischerstraße 13
3000 Hannover 1
Telefon (05 11) 70 30 13

Perkin-Elmer Verkauf GmbH
Instrumentelle Analytik
Hansa-Allee 195
4000 Düsseldorf 11
Telefon (02 11) 59 69-0

Perkin-Elmer Verkauf GmbH
Instrumentelle Analytik
Berliner Straße 312
6050 Offenbach
Telefon (0 69) 82 05-0

Perkin-Elmer Verkauf GmbH
Instrumentelle Analytik
Schulze-Delitzsch-Straße 54
7000 Stuttgart 80
Telefon (07 11) 7 80 01 61 – 66

Perkin-Elmer Verkauf GmbH
Instrumentelle Analytik
Fasanenweg 1
8027 Neuried/München
Telefon (0 89) 75 40 24 – 27

Schweiz

Perkin-Elmer SA
Avenue Fraisse 3
CH-1006 Lausanne
Telefon (0 21) 27 81 21

Perkin-Elmer AG
Efringerstraße 25
CH-4057 Basel
Telefon (0 61) 32 57 40

Perkin-Elmer AG
Kohlrainstraße 10
CH-8700 Küsnacht
Telefon (01) 9 13 31 11

Österreich

Perkin-Elmer GmbH
Rotenhofgasse 17
Postfach 78
A-1100 Wien
Telefon 62 31 01

PERKIN ELMER

Perkin-Elmer Corp., Analytical Instruments, Main Ave. (MS-12), Norwalk, CT 06856 U.S.A., Tel.: (203) 762-1000

Bodenseewerk Perkin-Elmer & Co GmbH, Postfach 1120, D-7770 Überlingen, Bundesrepublik Deutschland, Tel.: (07551) 810

Perkin-Elmer Ltd., Post Office Lane, Beaconsfield, Bucks HP9 1 QA, England, Tel.: Beaconsfield (04946) 6161